

THESES

présentées à l'Université de Nancy I
pour l'obtention du grade de
Docteur ès-Sciences Physiques
par

Pierre LE LEC
Ingénieur E.N.S.M. et I.S.M.C.M.

Première Thèse

LA FILTRATION SUR SUPPORT
ETUDES DE L'EXTRAPOLATION, DE LA COMPRESSIBILITE
DES GATEAUX, DE LA MIGRATION DES FINES ET
DE LA SEDIMENTATION

Deuxième Thèse

SUR L'ENSEIGNEMENT DES MATIERES TECHNOLOGIQUES
DANS UNE ECOLE D'INGENIEURS

SOUTENUES PUBLIQUEMENT LE

1971, DEVANT LA COMMISSION D'EXAMEN

Membres du Jury

MM. P. LE GOFF
J. BASTICK
R. MAINARD

Président

Examineurs



Digitized by the Internet Archive
in 2026

https://archive.org/details/IA41551928_0007

THESES

présentées à l'Université de Nancy I
pour l'obtention du grade de
Docteur ès-Sciences Physiques
par

Pierre LE LEC
Ingénieur E.N.S.M. et I.S.M.C.M.

Première Thèse

LA FILTRATION SUR SUPPORT
ETUDES DE L'EXTRAPOLATION, DE LA COMPRESSIBILITE
DES GATEAUX, DE LA MIGRATION DES FINES ET
DE LA SEDIMENTATION

Deuxième Thèse

SUR L'ENSEIGNEMENT DES MATIERES TECHNOLOGIQUES
DANS UNE ECOLE D'INGENIEURS

SOUTENUES PUBLIQUEMENT LE

1971, DEVANT LA COMMISSION D'EXAMEN

Membres du Jury

MM.	P.	LE GOFF	Président
	J.	BASTICK	
	R.	MAINARD	Examineurs

A la mémoire de mon père

Résumé

On étudie, sur une cellule de filtration, une cellule de compression-perméabilité et un petit filtre-presse, la filtration sur support et sous pression constante de divers matériaux seuls ou en mélanges (kieselguhrs, fibres de nylon, microbilles de polystyrène).

Les essais sur une suspension d'une variété de kieselguhr, effectués sur les trois types d'appareils ont montré la bonne concordance des divers résultats. Lors des essais sur cellule de compression-perméabilité, une technique a été mise au point permettant de mesurer la résistance spécifique vraie du gâteau sans avoir à faire d'hypothèses sur les frottements du gâteau contre les parois.

Des mélanges binaires de kieselguhrs ont également été testés sur filtre-presse. Les résultats sont comparés aux prévisions basées sur divers modèles simples. On voit que le modèle de Kozeny à ségrégation maximale traduit le mieux les résultats expérimentaux.

La comparaison des résistances spécifiques et des porosités des gâteaux de fibres de nylon et des gâteaux de kieselguhr montre que, pour les kieselguhrs, une fraction importante des pores ne participe pas à la filtration.

Les gâteaux de fibres de nylon sont caractérisés par une compressibilité relativement élevée, qui croît avec la longueur des fibres utilisées.

Les essais sur microbilles pures ou en mélanges ont confirmé la bonne application des lois classiques de la filtration et ont permis de vérifier diverses théories sur les lois de porosités et de perméabilités des mélanges de particules sphériques.

Certaines de ces lois, appliquées à des mélanges de particules sphériques et cylindriques, ont également pu être testées sur des mélanges de fibres et de microbilles.

Pour ces mêmes mélanges on a également mis en évidence, suivant les pressions et les dimensions relatives des matériaux, des gâteaux de structures homogènes ou hétérogènes. Dans certaines conditions on peut même observer un minimum dans la variation de la résistance du gâteau avec la pression.

Une étude théorique de l'influence de la sédimentation sur la forme des lois habituelles de filtration a été confirmée par des essais sur des suspensions de microbilles de verre.

Le présent travail a été effectué dans le Département de Génie Chimique de l'Ecole Nationale Supérieure des Industries Chimiques, sous la Direction de Monsieur le Professeur LE GOFF.

Je tiens à le remercier très vivement de ce qu'il a fait dans tous les domaines depuis la création du laboratoire de génie chimique en 1957, pour m'aider et me faciliter la tâche, aussi bien dans mes fonctions de Chef de Travaux et Maître-Assistant que dans la réalisation du présent travail.

Je remercie Monsieur le Professeur BASTICK, Directeur de l'Ecole Nationale Supérieure des Industries Chimiques et Monsieur le Professeur MAINARD, Directeur de l'Institut Universitaire de Technologie de Nancy d'avoir bien voulu accepter, malgré leurs lourdes occupations, de faire partie de mon Jury de thèse.

J'adresse également mes remerciements à tous mes collègues du laboratoire, qu'ils soient toujours à l'ENSIC ou qu'ils l'aient quittée pour d'autres services : R. BEN AIM, L. LE BEC, L. VINCENT, avec une mention toute particulière à mon ami François VERGNES dont j'ai toujours apprécié la verve brutale mais très bonne conseillère.

Je suis reconnaissant à A. SCHULZ-WALZ, de l'Université de Karlsruhe et à V. KUBES de l'Université de Prague pour le concours qu'ils m'ont apporté dans bon nombre d'essais.

Je ne voudrais surtout pas oublier l'équipe technique qui a permis avec toujours beaucoup d'efficacité, la réalisation matérielle de ces travaux. J'ai en particulier été très heureux de bénéficier des conseils amicaux et combien judicieux de M. LITAIZE, de la collaboration de la sympathique équipe du Laboratoire de Génie Chimique : MM. ALMEIDA, GERARDOT, GOBAIN, GRANDGIRARD, JACOB, LORRAIN, MAXANT, PIERRET, PLAIGNIET, SIOTTE et de l'aide du charmant personnel féminin des secrétariats de Monsieur le Professeur LE GOFF et du Centre de Perfectionnement des Industries Chimiques, à qui je dois en particulier la dactylographie et la reproduction de ce travail : Mmes BOUDAILLE et TEMPERE, Mlles GRAND et MOREAU.

SOMMAIRE

	Page
PRESENTATION	1
INTRODUCTION	3
REVUE BIBLIOGRAPHIQUE	4
<u>Chapitre I</u> - LES THEORIES CLASSIQUES DE LA FILTRATION SUR SUPPORT	8
11 - EQUATION DIFFERENTIELLE DE BASE	8
12 - APPLICATION DU MODELE DE KOZENY	9
13 - LES EQUATIONS DE LA FILTRATION IDEALE SOUS PRESSION CONSTANTE	11
14 - LES GÂTEAUX COMPRESSIBLES	12
141 - Répartition des pressions dans le gâteau	13
142 - La cellule de compression-perméabilité	14
143 - Les gâteaux compressibles obtenus à partir de suspensions peu chargées	16
144 - Les gâteaux compressibles obtenus à partir de suspensions moyennement chargées	18
145 - Les gâteaux compressibles obtenus à partir de suspensions fortement chargées	19
<u>Chapitre II</u> - ESSAIS DE FILTRATION	21
21 - CONDITIONS EXPERIMENTALES	21
211 - Matériaux utilisés	21
2111 - Les kieselguhrs	21
2112 - Les fibres de nylon	23
2113 - Les polystyrènes sulfonés	24
2114 - Les billes de verre	26
212 - Appareils d'essais	27
2121 - Le filtre-presse	27
2122 - La cellule de filtration	29
2123 - La cellule de compression-perméabilité	35
22 - LES ESSAIS SUR KIESELGUHR PUR	40
221 - But recherché	40
222 - Essais sur C.C.P.	41
2221 - Méthodes classiques	41
2222 - Critique de ces méthodes	41
2223 - Technique utilisée et résultats	42
2224 - Mesure des porosités	44
2225 - Conclusion de ces essais	46
223 - Essais sur cellule de filtration	46
2231 - Influence de la sédimentation dans la cellule	46
2232 - Influence du mode de remplissage du ballon	46

22321 - Hypothèse de l'écoulement piston	47
22322 - Hypothèse du mélangeage parfait	48
2233 - Influence de la sédimentation dans le tube d'alimentation	49
2234 - Résultats expérimentaux	50
2235 - Mesure des hauteurs de gâteau	51
2236 - Discussion	51
2237 - Conclusion et résumé des résultats	52
224 - Essais sur filtre-presse	53
2241 - Conditions opératoires	53
2242 - Valeurs de la résistance spécifique moyenne	54
2243 - Influence de la sédimentation	54
2244 - Résistance du support	55
225 - Comparaison des trois séries d'essais	55
226 - Le modèle de Kozeny et le kieselguhr SPAM	57
2261 - La surface spécifique	57
2262 - La porosité	58
2263 - La "constante" de Kozeny	58
2264 - Discussion	58
23 - ESSAIS SUR FILTRE-PRESSE DE MELANGES BINAIRES DE KIESELGUHRS	59
231 - Mélanges SPAM-SPN1	59
232 - Mélanges SPAM-SP3	60
233 - Mélanges SPN2-SP3	60
234 - Les anomalies apparentes de compressibilité du SP3	61
235 - Comparaison des modèles et des mélanges binaires réels	62
236 - Résumé des résultats sur les mélanges de kieselguhrs	65
24 - ESSAIS DE FIBRES DE NYLON SUR CELLULE DE FILTRATION	65
241 - Généralités	65
242 - Régime d'écoulement	66
243 - Résultats	67
244 - Modèles ^{et} théories des pertes de charge dans les milieux fibreux	67
2441 - Le modèle de Kozeny-Carman	68
2442 - Le modèle statistique de Piekhaar-Clarenburg	69
2443 - Autres modèles	72
2444 - Conclusion	73
245 - Résultats et conclusions des mesures sur fibres de nylon	73
25 - LES ESSAIS SUR SUSPENSIONS DE MICROBILLES	73
251 - Essais sur microbilles pures	73
252 - Essais sur mélanges	74
253 - Conclusion	75
26 - MELANGES DE FIBRES ET MICROBILLES	75
261 - Mélange "homogène sans migration"	75
2611 - Les variations de porosité	76
26111 - Cas des "grosses" fibres	76
26112 - Cas des "petites" fibres	76
2612 - Application du modèle de Kozeny	77

262 - Mélange "homogène à migration franche"	77
263 - Mélange "hétérogène à migration franche"	78
2631 - Résultats expérimentaux	78
2632 - Interprétation et discussion	
26321 - Hauteur de la couche dense	78
26322 - Porosité de la structure fibreuse	79
26323 - Porosité de la couche dense	79
26324 - Application de la loi de Kozeny-Carman	80
264 - Mélange "hétérogène à migration limitée"	81
265 - Mélange "mixte à migration variable"	83
CONCLUSION	85
NOTATIONS	86
BIBLIOGRAPHIE	88

Les annexes 1 et 2 et les figures
sont rassemblées dans un fascicule indépendant

ANNEXE 1 : "Filtration à pression constante sur support horizontal Influence de la sédimentation - Cas de la cellule de filtration"	1
ANNEXE 2 : "Le concept de tortuosité"	14
FIGURES 1 à 103	

PRESENTATION

La filtration, connue pratiquement depuis l'antiquité, est à l'heure actuelle extrêmement répandue dans les domaines industriels et même dans la vie domestique.

Cependant, et peut-être parce que c'est une technique routinière et souvent marginale, c'est sans doute, de toutes les opérations unitaires classiques du génie chimique, la plus rudimentaire et la moins évoluée.

Au début de ce siècle HATSCHEK [23] écrivait à ce sujet : "les phénomènes intervenant dans ce procédé sont bien connus en pratique, mais n'ont pas encore reçu de traitement mathématique. Un tel traitement, s'il était établi de façon rigoureuse, serait extrêmement complexe et ferait appel à un appareil mathématique hors de proportion avec les résultats que l'on pourrait en déduire".

Il semble que ce point de vue soit resté, plus d'un demi siècle plus tard, celui de beaucoup d'industriels et même d'universitaires.

C'est ce qu'a récemment amené TILLER [74] à quelques réflexions teintées d'une sombre ironie :

"Il est incroyable que le pifomètre (the rule of the thumb) s'utilise dans le domaine de la filtration plutôt que l'analyse rationnelle qui intervient dans d'autres études comme celles des échangeurs de chaleur, des colonnes à distiller, des canalisations et pompes et autres appareils courants.... Quiconque imaginerait que les dimensions des particules, le temps de filtration, la résistance du gâteau et celle du support, et bien d'autres facteurs ont leur importance dans ce domaine ne réaliserait pas que ce qui détermine en fait le choix du matériel de filtration est tout simplement la dernière et la plus désastreuse expérience de l'intéressé dans ce domaine. Si ce n'est pas la dernière et la plus désastreuse de ses expériences, alors son choix pourra être déterminé par l'humeur de sa belle-mère quand il a quitté la maison le matin.

Il est vraiment surprenant de visiter une installation moderne... et de voir une colonne à distiller à côté d'un filtre-presse. La colonne à distiller est truffée d'appareils de contrôle, surveillée par une demi-douzaine d'ingénieurs qui recueillent systématiquement les indications des appareils, les introduisent dans un calculateur et renvoient les consignes à la colonne ; et là, à côté, probablement avec les mêmes ingénieurs, dans la même ambiance, il y aura un pauvre petit filtre presse peut-être équipé d'un manomètre. Dans quelques cas exceptionnels, quelqu'un pourra même lui avoir adjoint un débitmètre....

... J'ai l'impression que le nombre d'enseignants ayant des connaissances en filtration décroît chaque année... La recherche en filtration peut être difficile et décevante... Les particules sont d'étranges créatures qui changent de forme, s'agglomèrent ou se séparent, sont affectées par de légères variations du nombre d'ions en présence, par les valeurs du pH.... Un jeune s'orientant vers un domaine tel que l'écoulement dans les milieux poreux devrait se rendre compte qu'il s'attaque à un genre de monstre.... A l'intérieur des universités, il y a certainement bien plus de considération pour celui qui publie dans les domaines prestigieux (transfert de matière, thermodynamique, théorie de l'élasticité, structure de la matière) que pour celui qui publie dans le domaine de la filtration".

Il est évident que les paramètres intervenant dans une opération de filtration sont extrêmement nombreux. Sans que la liste soit complète, on peut citer :

- les caractéristiques des matières solides de la suspension (concentration, répartition granulométrique, état de surface, facteurs de forme, microporosité, tenue mécanique des particules élémentaires ou des flocons, masse volumique, etc...)

- les caractéristiques du liquide de la suspension (température, viscosité, pH, tension superficielle, masse volumique, etc...)

- les caractéristiques du support de gâteau (résistance à l'écoulement, résistance mécanique, textures superficielle et en profondeur, aptitude au colmatage et au décolmatage, etc...)

- les caractéristiques du filtre (dimensions géométriques, orientation dans l'espace, techniques d'alimentation, modes d'alimentation, etc...).

Or, la modification, parfois involontaire et non évidente, d'un seul de ces facteurs peut entraîner des variations importantes des résultats et conduire à des déboires, soit par une non-reproductibilité apparente des mesures, soit par une non-concordance lors d'une tentative d'extrapolation d'un essai de laboratoire à un autre ou à une fabrication industrielle.

Le but de notre travail a été, d'une part de rassembler et de synthétiser les études théoriques déjà faites dans ce domaine et d'autre part de rechercher l'influence de certains des facteurs énumérés plus haut sur les résultats d'essais.

Certains de ces résultats sont décevants, d'autres sont au contraire encourageants, soit qualitativement, soit même quantitativement, et permettent en particulier d'expliquer certaines anomalies apparentes observées lors d'essais, tant sur une cellule de filtration de laboratoire que sur un modèle réduit de filtre-pressé industriel.

INTRODUCTION

Rappelons que le but d'une filtration est la séparation d'une phase continue (que nous supposerons liquide) et d'une phase dispersée (que nous supposerons solide), initialement mélangées sous la forme d'une *suspension* ou *préfilt* (parfois baptisée *boue* pour de fortes teneurs en matières solides).

Au-delà du filtre, on recueille la phase liquide plus ou moins purifiée ou *filtrat*.

- Si la suspension est très peu chargée en matières solides indésirables et si on ne recherche pas une très grande pureté du filtrat, on aura parfois intérêt à effectuer une filtration "*dans la masse*", c'est-à-dire à faire s'écouler cette suspension au travers d'une masse poreuse épaisse à l'intérieur de laquelle les particules seront plus ou moins retenues.

- Pour les suspensions moyennement ou fortement chargées, la filtration sera de préférence effectuée sur un *support* à texture relativement fine, tel que les particules s'y agglomèrent sous la forme d'un *gâteau* d'épaisseur croissante, tandis que le filtrat, généralement très clair, est récupéré au-delà.

Dans l'un et l'autre cas la résistance de la masse filtrante ou du gâteau va croître avec le temps c'est-à-dire que, si le filtre est alimenté sous pression constante le débit va décroître continuellement, tandis que s'il est alimenté à débit constant la pression devra être continuellement accrue.

Les lois de filtration sont évidemment différentes suivant que l'on effectue une filtration dans la masse ou sur support et suivant que l'alimentation est faite à débit constant, pression constante, pression et débit variables (alimentation par pompe centrifuge ou par système présentant un temps de mise en régime non négligeable).

Les problèmes de filtration dans la masse ont récemment été étudiés dans ce laboratoire par HERZIG [26] et ne seront pas évoqués au cours du présent travail.

Nous nous limiterons ici à la seule filtration sur support et à l'alimentation à pression constante, cette constance étant supposée obtenue dans les délais les plus brefs.

Nous supposerons également que les particules à filtrer sont parfaitement individualisées, c'est-à-dire qu'aucun problème de floculation n'entre en ligne de compte. Nous n'évoquerons non plus ni les problèmes de lavage ni les problèmes de séchage des gâteaux.

Une étude complète des seuls problèmes de filtration sur support nous entraînerait dans des développements mathématiques ou pratiques beaucoup trop importants. Nous avons eu l'occasion, dans des publications antérieures [31] [32] [33] [34] [35] de développer tel ou tel de ces aspects. Pour ne pas alourdir inutilement le présent rapport nous renverrons donc, le cas échéant, le lecteur intéressé aux publications correspondantes notées en bibliographie.

Revue bibliographique sommaire

D'après le principe même de la filtration, les lois correspondantes auront évidemment comme origine les lois générales des écoulements dans les milieux poreux.

Une étude bibliographique complète devrait donc commencer par évoquer les lois de base de la perméamétrie, et en particulier les travaux de Darcy, Poiseuille, Kozeny-Carmen, etc...

Les relations correspondantes sont cependant suffisamment classiques et, pour ne pas alourdir inutilement le présent rapport, nous les supposerons connues pour l'essentiel. Un examen bibliographique de ces phénomènes a d'ailleurs été récemment publié dans ce laboratoire par BEN AIM [4].

Une des premières formes classiques des lois de la filtration a été établie par SPERRY [68] en 1916. Il a, pour la première fois, utilisé le concept de *résistance spécifique* d'un gâteau, définie par lui comme la résistance du gâteau par unité d'épaisseur. En désignant par r cette résistance spécifique, par R_s la résistance du support, par ΔP la perte de charge au travers du filtre, par Ω l'aire de la surface filtrante, par w le volume de gâteau déposé par unité de volume V de filtrat, par η la viscosité dynamique du filtrat et par t le temps, la relation de SPERRY se traduisait par

$$\frac{1}{\Omega} \cdot \frac{dV}{dt} = \frac{\Delta P}{\eta \left(\frac{r \cdot w \cdot V}{\Omega} + R_s \right)} \quad (1)$$

Mais la base de tous les travaux modernes dans le domaine de la filtration est essentiellement due à RUTH [49] [50] et CARMAN [8] [9] [10] qui indépendamment, et entre 1933 et 1935, mirent sur pied les lois classiques de la filtration sur support.

Contrairement à SPERRY dont le concept de résistance spécifique était basé sur l'épaisseur du gâteau, CARMAN et RUTH ont fait intervenir une *résistance spécifique définie comme la résistance à l'écoulement d'une masse unité de gâteau déposée sur une surface filtrante unité*, et que nous désignerons par α .

L'un et l'autre notèrent également que, dès que le gâteau formé est tant soit peu compressible, il est nécessaire de définir cette résistance *localement*, car chaque particule du gâteau est soumise à la force de frottement du liquide qui la frôle ainsi qu'à la résultante de toutes les forces identiques provenant des particules des couches supérieures. Ainsi la résistance spécifique mesurée en moyenne sur un gâteau et que nous désignerons par $\bar{\alpha}$, dépendra des conditions de filtration utilisées et sera exprimée comme une fonction des résistances spécifiques locales α_z . GRACE [22] a d'ailleurs montré que $\bar{\alpha}$ dépendait seulement de la perte de charge au travers du gâteau, à condition cependant de négliger d'une part le poids propre des particules (qui pourrait, lors d'une filtration sur surface horizontale influencer sur la structure du gâteau, donc sur sa résistance spécifique) et d'autre part l'énergie cinétique des particules qui pourrait encore participer au "compactage" du gâteau.

L'équation différentielle correspondante, établie par CARMAN [8] [9] [10] s'écrit

$$\frac{1}{\Omega} \cdot \frac{dV}{dt} = \frac{\Delta P}{\eta \left(\frac{\bar{\alpha} \cdot W}{\Omega} \cdot V + R_s \right)} \quad (2)$$

où W est la masse de gâteau déposée par unité de volume de filtrat. Intégrée à pression constante ΔP cette équation donne

$$t = \frac{\eta \cdot \bar{\alpha} \cdot W}{2 \cdot \Delta P \cdot \Omega^2} \cdot V^2 + \frac{\eta \cdot R_s}{\Delta P \cdot \Omega} \cdot V \quad (3)$$

que CARMAN a suggéré de mettre sous la forme

$$\frac{t}{V} = \frac{\eta \cdot \bar{\alpha} \cdot W}{2 \cdot \Delta P \cdot \Omega^2} \cdot V + \frac{\eta \cdot R_s}{\Delta P \cdot \Omega} \quad (4)$$

dont la représentation graphique linéaire t/V versus V permet la détermination aisée des paramètres inconnus, et en particulier de $\bar{\alpha}$ et R_s . De son côté, RUTH préconisait le tracé des droites dt/dV vs V (ou $\Delta t/\Delta V$ vs V), les résultats déduits de l'une ou l'autre de ces constructions graphiques étant évidemment identiques.

L'intérêt principal de ces relations est leur généralité : elles sont toujours valables, que le gâteau soit compressible ou non. Il faut simplement noter que, *si le gâteau est compressible, la résistance spécifique moyenne $\bar{\alpha}$ dépendra de ΔP .*

CARMAN [11], WALKER [83], puis GRACE [22], à la suite de très nombreux essais sur des matériaux diversement compressibles, notèrent que la résistance spécifique moyenne $\bar{\alpha}$ pouvait, dans certains domaines de pression, se mettre sous la forme

$$\bar{\alpha} = \alpha_0 \cdot \Delta P^n \quad (5)$$

que l'on écrit également parfois

$$\bar{\alpha} = \alpha_0 + \alpha_1 \cdot \Delta P^n \quad (6)$$

pour tenir compte du fait que $\bar{\alpha}$ n'est pas nul, même pour $\Delta P = 0$

Le coefficient de compressibilité n est en général inférieur à l'unité ; c'est-à-dire, comme le montre l'équation (3) par exemple, qu'un accroissement de pression augmentera le volume de filtrat recueilli, toutes choses égales par ailleurs. Il peut cependant être supérieur à l'unité, pour certains hydroxydes gélatineux par exemple ; il y aura donc intérêt, dans ce cas, à travailler sous des pressions aussi réduites que possible.

Le terme R_s que nous appelons résistance du support, devrait en réalité être appelé résistance initiale. En effet, les mesures effectuées par RUTH [50] sur un support propre, sur un gâteau seul, et sur l'ensemble gâteau déposé sur support ont montré que la résistance à l'écoulement de l'ensemble était sensiblement supérieure à la somme des deux résistances indépendantes. Il semble que cet écart soit dû à la structure de la toile, tant superficielle qu'en profondeur : suivant ces structures, certaines particules pourront venir obstruer quelques pores superficiels, y former des "ponts", ou pénétrer plus ou moins profondément à l'intérieur. La présence de ces particules et la plus ou moins grande souplesse du support font que, en toute rigueur, la résistance du support sera également une fonction de la pression. RUTH a cependant montré que, dès que le support a servi un certain nombre de fois sa résistance devient et reste fort longtemps pratiquement indépendante de la pression.

Une étude approfondie des connaissances rassemblées jusqu'à cette époque dans le domaine de la filtration a été publiée en 1938 par CARMAN [11]. Il faut attendre 1946 pour que la première évocation sérieuse d'une *cellule de compression* soit faite. WALLAS [82] suggérait de déposer un gâteau dans un cylindre et de le soumettre à des pressions extérieures croissantes : les variations de son épaisseur permettaient d'en déduire les variations de porosité ; par application de la relation de Kozeny-Carman on en déduisait les variations locales de résistance spécifique.

A la même époque RUTH [51] suggère l'utilisation d'une cellule analogue, mais où il serait possible de mesurer non seulement les variations de porosité, mais aussi les variations de perméabilité (donc de résistance), l'une et l'autre en fonction d'une pression extérieure appliquée à l'ensemble du gâteau.

Cette mesure directe de α local évite donc le passage par l'intermédiaire de Kozeny-Carman, dont la validité peut-être parfois contestée.

La mesure de α local sur cellule de compression-perméabilité (que nous désignerons désormais par ses initiales CCP) permettra d'en déduire la résistance spécifique moyenne $\bar{\alpha}$ de l'ensemble du gâteau dans les conditions de filtration utilisées.

Des mesures directes des résistances spécifiques locales à l'intérieur d'un gâteau en formation ont été effectuées par divers chercheurs [2] [47]. Il est cependant probable que la présence au coeur même du gâteau de sondes de mesures, aussi petites soient-elles, risque de gêner ou de perturber le dépôt ou le "compactage" éventuel du gâteau.

Une technique intéressante, mais malheureusement peu précise d'étude du gâteau "in situ" a été utilisée par HOFFING [27]. Au cours de la formation du gâteau il injecte, à des intervalles de temps correspondant à des volumes de filtrat égaux donc à des masses de gâteau égales, une suspension identique à la suspension globale, mais colorée. Il obtient ainsi des strates dont les positions relatives donnent une indication sur les variations de structure du gâteau en fonction de la pression et du temps. A la précision des mesures près, ces résultats sont en bon accord avec ceux déduits des essais sur CCP.

Les essais de GRACE [22] ainsi que ceux de VALLEROY [80] [81] effectués à la fois sur CCP et sur cellule filtrante avec des matériaux extrêmement variés ont montré un accord acceptable (environ $\pm 10\%$) entre les α déduits de l'une ou l'autre de ces techniques.

Certains écarts entre les mesures au laboratoire et les mesures sur appareillage industriel restaient cependant inexplicables.

TILLER [71] à [77] et SHIRATO [54] à [56] montrèrent alors que la compressibilité du gâteau entraîne des *variations locales du débit* à un instant donné, ce qui amène à définir une nouvelle résistance spécifique moyenne $\bar{\alpha}' = \bar{\alpha} \cdot J$ (7), où $\bar{\alpha}$ est la résistance spécifique moyenne évoquée plus haut et J un coefficient toujours inférieur à l'unité et faisant intervenir, entre autres, la teneur de la suspension en matières solides. Pratiquement, ce coefficient J ne s'écarte sensiblement de l'unité que pour des suspensions extrêmement chargées en matières solides. Le fait expérimental correspondant était connu : les résistances spécifiques moyennes de gâteaux formés à partir de suspensions très chargées étaient systématiquement un peu plus faibles que celles de gâteaux obtenus à partir de suspensions moyennement ou peu chargées.

Une amélioration de la théorie, réduisant encore l'écart entre les mesures sur C.C.P. et les mesures sur filtre, a été apportée ces dernières an-

nées par SHIRATO [65] ces résultats ayant été partiellement confirmés par NELSON [41] et INGMANSON [29]. On peut en effet noter que, s'il y a compressibilité, on observera à chaque instant, non seulement des variations de débit tout au long de la hauteur du gâteau, mais aussi une vitesse de déplacement des particules correspondant au "compactage" de l'ensemble. Or, dans les équations de l'écoulement du filtrat dans le gâteau, base des équations de filtration, la vitesse à faire intervenir est la vitesse du filtrat par rapport aux particules et non par rapport aux parois. L'étude correspondante conduit à une nouvelle résistance spécifique

$$\alpha_R = \bar{\alpha} \cdot J_R \quad (8)$$

J_R étant un coefficient encore inférieur à l'unité, légèrement plus faible que J , mais ne possédant pratiquement des valeurs bien distinctes de 1 que pour les boues très épaisses, proches de la teneur maximale en matières solides. J_R (ou J) pourra être déterminé graphiquement comme l'a suggéré SHIRATO [61] ou sur machine, selon une technique mise au point par HERMIA [25], à partir des mesures locales de ϵ et de α obtenues sur CCP.

Les mesures sur CCP exigent cependant que certaines précautions soient prises, sous peine de conduire à des $\bar{\alpha}$ sensiblement plus faibles que les valeurs réelles. Le principe même de l'essai suppose en effet que la pression transmise au gâteau par le piston se répercute uniformément sur toute l'épaisseur du gâteau, c'est-à-dire qu'il n'existe pas de frottement entre les parois de la CCP et le gâteau. GRACE [22] avait signalé que ces frottements pouvaient être négligés si le rapport du diamètre de la CCP à l'épaisseur du gâteau restait supérieur à 2. Or, des études systématiques de TILLER [79] SAWAMOTO [53] et SHIRATO [64], portant en particulier sur des ciments et des argiles, ont montré que cette valeur 2 pouvait être nettement trop faible et qu'un calcul rigoureux nécessitait la connaissance du coefficient de frottement interne du gâteau, son coefficient de frottement par rapport aux parois de la cellule ainsi que sa force d'adhérence.

CHAPITRE I

LES THEORIES CLASSIQUES DE LA FILTRATION SUR SUPPORT

11 - EQUATION DIFFERENTIELLE DE BASE

Les lois de la filtration sont dérivées d'une des formes de l'équation de DARCY [17] que l'on applique à une couche élémentaire de gâteau d'épaisseur dz . (Fig.1)

Soit $u_z = \frac{1}{\Omega} \cdot \frac{dV}{dt}$ le débit unitaire instantané en fût vide dans cette couche, dV étant le volume de filtrat écoulé pendant le temps dt au travers d'une section de gâteau d'aire Ω constante.

En désignant par η la viscosité dynamique du filtrat et par dp_ℓ la chute de pression du filtrat au travers de la couche d'épaisseur dz et de résistance dR_z par unité de surface, l'équation de Darcy s'écrit

$$u_z = - \frac{1}{\eta} \cdot \frac{dp_\ell}{dR_z}$$

Cette résistance dR_z par unité de surface peut être rapportée à la masse de gâteau (séché) déposée dans cette couche par unité de surface, dM_z/Ω , sous la forme

$$dR_z = \alpha_z \cdot \frac{dM_z}{\Omega}$$

définissant ainsi α_z comme la résistance spécifique (massique) de la couche de gâteau.

On a donc

$$u_z = - \frac{1}{\eta} \cdot \frac{\Omega \cdot dp_\ell}{\alpha_z \cdot dM_z} \quad (9)$$

D'autre part, l'obtention de la masse dM_z de gâteau correspond à la disparition d'un certain volume de suspension, et aussi à la récupération d'un certain volume de filtrat dV , ce qui conduit à poser

$$dM_z = W_z \cdot dV$$

W_z apparaît ainsi comme la masse de gâteau déposée par unité de volume de filtrat.

On a donc finalement

$$u_z = - \frac{1}{\eta} \cdot \frac{\Omega \cdot dp_\ell}{\alpha_z \cdot W_z \cdot dV} \quad (10)$$

Le terme W_z peut être explicité en fonction de la *teneur massique s de la suspension en matières solides* et de la teneur massique du gâteau humide en matières solides sèches. Ce dernier terme est, dans la littérature technique, habituellement remplacé par son inverse m_z , *rapport de la masse du gâteau humide (pores remplis de filtrat) à la masse du gâteau séché*.

De simples bilans de matière, développés par ailleurs [31], conduisent à :

$$W_z = \frac{\rho_l \cdot s}{1 - m_z \cdot s} \quad (11)$$

et

$$m_z = 1 + \frac{\epsilon_z \cdot \rho_l}{(1 - \epsilon_z) \cdot \rho_s} \quad (12)$$

où ρ_l et ρ_s sont les masses volumiques du filtrat et des matières solides et ϵ_z la porosité de la couche de gâteau dz .

12 - APPLICATION DU MODELE DE KOZENY

On démontre aisément [31] que la résistance spécifique locale α_z , explicitée à partir du modèle de KOZENY, conduit à :

$$\alpha_z = \frac{h_K \cdot a_g^2 \cdot (1 - \epsilon_z)}{\epsilon_z \cdot \rho_s} \quad (13)$$

où h_K est la *constante de Kozeny*, généralement prise égale à 5 pour les gâteaux de porosités moyennes obtenus à partir de particules isométriques et a_g la *surface spécifique des particules*, rapport de la surface des particules à leur volume ; (il faut évidemment bien différencier a_g de a_c , rapport de la surface des particules au volume correspondant de gâteau et de a_m , rapport de cette surface à la masse des particules). Pour des particules sphériques monodimensionnelles de diamètre d_g on a

$$a_g = 6/d_g \quad (14)$$

Dans le cas d'une répartition granulométrique étalée de particules sphériques, d_g sera le diamètre moyen en surface de la population.

Le modèle de Kozeny et l'équation correspondante sont cependant aisément critiquables, en particulier lorsqu'on y fait intervenir la notion de diamètre d_g .

En effet, en pratique, les particules à filtrer sont rarement sphériques (et encore moins monodimensionnelles), et il sera donc nécessaire de faire intervenir dans l'équation (14) un facteur de forme généralement connu avec assez peu de précisions, surtout si sa valeur diffère d'une extrémité à l'autre de l'histogramme.

Pour des particules fibreuses de longueur L_f et diamètre d_f , la surface spécifique des fibres sera donnée par

$$a_f = \frac{4}{d_f} + \frac{2}{L_f}$$

le second terme étant généralement négligeable devant le premier. Ces mêmes particules fibreuses conduisent fréquemment à des gâteaux de porosités très supérieures à 0,7, valeur au-delà de laquelle la constante de Kozeny h_K ne peut plus être prise comme égale à 5, même approximativement.

On a alors montré que h_K augmentait rapidement avec ϵ , les variations correspondantes pouvant être traduites par des relations de la forme

$$h_K = \frac{\beta \cdot \epsilon^3}{(1-\epsilon)^{1/2}} \cdot [1 + \delta \cdot (1-\epsilon)^3] \quad (15)$$

DAVIES [18] propose $\beta = 4$ et $\delta = 56$, tandis que INGMANSON [28] en s'appuyant sur ses résultats et ceux de BROWN [6] propose $\beta = 3,5$ et $\delta = 57$.

La notion de surface spécifique doit également être considérée avec précaution et esprit critique lorsqu'il s'agit de filtration sous pression de particules compressibles :

- si les particules à filtrer sont relativement souples, donc déformables mais à volume sensiblement constant, la pression de filtration va entraîner un écrasement des particules les unes contre les autres, donc une diminution de la surface accessible au filtrat, c'est-à-dire une diminution de la surface spécifique effective.

- le phénomène pourra être exactement opposé si les particules de la suspension sont floculées. Sous pression de filtration faible, les flocons restent bien formés et la surface spécifique, qui correspond aux dimensions extérieures de ces "gros" flocons est faible. Au fur et à mesure que la pression de filtration est accrue, les flocons se brisent progressivement, éliminant de plus en plus de particules individuelles et augmentant ainsi la surface spécifique du gâteau. Lorsque toutes les particules auront été individualisées la surface spécifique restera sensiblement constante. Une telle variation a été mise en évidence par GRACE [22] lors de la filtration d'un latex de polystyrène.

On voit donc que de simples mesures, au microscope par exemple, des dimensions des particules (ou des flocons) peuvent conduire à des valeurs erronées de la surface spécifique.

D'autres techniques, comme la méthode BET, demandent également à être interprétées avec précautions : elles conduisent en effet à la mesure de la totalité de la surface des particules, y compris celle des éventuelles microporosités. Or, et même si du filtrat arrive à pénétrer certains de ces micropores, il y reste ensuite immobile et les surfaces internes correspondantes, souvent très importantes, n'entrent pas en ligne de compte dans la valeur de la surface spécifique effective.

On peut donc dire que la formule de Kozeny-Carman est d'une application souvent délicate dans le domaine de la filtration. C'est la raison pour laquelle de nombreux laboratoires préfèrent ne pas l'utiliser et se basent de préférence sur des essais de perméabilité (ou sur des essais sur CCP) qui, correctement menés, donnent des valeurs de $\bar{\alpha}$ correspondant bien aux conditions de filtration utilisées.

Le principal avantage de la relation de Kozeny sera donc de donner des ordres de grandeur ainsi que des sens de variations. On se rend en particulier compte, ce que confirme l'expérience, qu'une diminution de la porosité ou un accroissement de la surface spécifique vraie se traduira par une augmentation de la résistance spécifique du gâteau.

13 - LES EQUATIONS DE LA FILTRATION IDEALE SOUS PRESSION CONSTANTE

Si les particules du gâteau sont parfaitement rigides et ne peuvent être tassées, quelles que soient les pressions qui lui sont appliquées, ϵ_z restera constant sur toute la hauteur du gâteau et il en sera donc de même pour W_z , α_z et m_z , que l'on désignera par

$$\epsilon, W, \alpha, m$$

L'homogénéité de structure du gâteau se traduit également par la conservation du débit à chaque instant sur toute la hauteur du gâteau, ce qui nous conduit à poser $u_z = u_s$, vitesse en fût vide du filtrat à la sortie du support (seule valeur directement mesurable)

L'équation (10), mise sous la forme

$$\frac{1}{\Omega} \cdot \frac{dV}{dt} = - \frac{1}{\eta} \cdot \frac{\Omega \cdot dp_\ell}{\alpha \cdot W \cdot dV}$$

s'intègre alors, à un instant donné (fig. 2) :

$$\int_{p_1}^{p_2} dp_\ell = p_2 - p_1 = - \frac{\eta \cdot \alpha \cdot W}{\Omega^2} \cdot \frac{dV}{dt} \cdot V \quad (16)$$

Ce que l'on maintient effectivement constant au cours d'une filtration, c'est la perte de charge totale ΔP au travers de l'ensemble gâteau + support :

$$\Delta P = (p_1 - p_2) + (p_2 - p_0) \quad (17)$$

Or, la loi de Darcy appliquée au support seul de résistance R_s , donne :

$$u_s = - \frac{p_0 - p_2}{\eta \cdot R_s}$$

soit $p_2 - p_0 = \eta \cdot R_s \cdot u_s = \frac{\eta \cdot R_s}{\Omega} \cdot \frac{dV}{dt}$ (18)

L'équation (17) formée à partir de (16) et (18) donne donc

$$\Delta P = \frac{\eta \cdot \alpha \cdot W}{\Omega^2} \cdot \frac{dV}{dt} \cdot V + \frac{\eta \cdot R_s}{\Omega} \cdot \frac{dV}{dt}$$

qui, intégrée de l'instant initial ($t = 0$, $V = 0$) à l'instant t , V donne :

$$t = \frac{\eta \cdot \alpha \cdot W}{2 \cdot \Delta P \cdot \Omega^2} \cdot V^2 + \frac{\eta \cdot R_s}{\Delta P \cdot \Omega} \cdot V \quad (19)$$

Nous avons indiqué plus haut que cette équation est souvent présentée sous forme linéaire

$$\frac{t}{V} = \frac{\eta \cdot \alpha \cdot W}{2 \cdot \Delta P \cdot \Omega^2} \cdot V + \frac{\eta \cdot R_s}{\Delta P \cdot \Omega} \quad (20)$$

La pente de cette droite permet d'atteindre le produit $\alpha \cdot W$, et l'ordonnée à l'origine la résistance R_s .

Dans de très nombreux cas, la valeur du coefficient m donnée par (12) est de l'ordre de 3 ± 1 . Si la teneur massique s de la suspension en matières solides ne dépasse pas quelques grammes par kilogramme le terme $m.s$ pourra être négligé devant l'unité et on pourra écrire sensiblement $W = \rho_L.s$. On voit donc que la pente de la droite t/V vs V permettra alors de déterminer la résistance spécifique α . De simples règles de trois permettront d'extrapoler les résultats à d'autres viscosités, concentrations, pressions et surfaces filtrantes.

Remarques :

1 - Le débit de filtrat dV/dt étant inversement proportionnel à V , diminue progressivement dans le temps.

Si on recherche le maximum de production, on poussera l'opération jusqu'à ce que ce débit devienne négligeable ou jusqu'à ce que les capacités du filtre soient remplies.

Si on cherche par contre à optimiser la production, soit en volume recueilli en fonction du temps (compte tenu des éventuels temps morts de démontage, nettoyage, remontage), soit en coût de production (compte tenu des coûts de l'énergie, de l'amortissement, des salaires du personnel, etc...), il sera facile de déterminer la valeur maximale V au-delà de laquelle la poursuite de l'opération n'est plus rentable [42] [67].

2 - Les filtres sous vide, à fonctionnement généralement continu (filtre rotatif à tambour cylindrique, à disques, à table circulaire, à bande....) entrent dans la catégorie des filtres travaillant sous pression constante. Les équations correspondantes, donnant le volume de filtrat recueilli par unité de temps en fonction des conditions de travail sont explicitées par ailleurs [35].

3 - Au lieu d'effectuer la filtration sur une surface plane et constante tout au long de la filtration, on peut imaginer que la filtration s'effectue sur une "bougie" cylindrique, par exemple de l'extérieur vers l'intérieur.

En désignant par r_2 le rayon extérieur de la bougie, h sa hauteur, R_s sa résistance à l'écoulement par unité de surface extérieure, l'équation de filtration à pression constante, établie par ailleurs [35] s'écrit :

$$\frac{n.\alpha.(1-\epsilon)^2.\rho_s^2.r_2^2}{4.W} \cdot \left[\left(1 + \frac{W}{\pi.h.(1-\epsilon).\rho_s.r_2^2} \cdot V \right) \cdot \text{Log} \left(1 + \frac{W}{\pi.h.(1-\epsilon).\rho_s.r_2^2} \cdot V \right) - \frac{W}{\pi.h.(1-\epsilon).\rho_s.r_2^2} \cdot V \right] + \frac{\eta.R_s}{2.\pi.r_2.h} \cdot V = \Delta P.t$$

Pratiquement, pendant les premiers instants de la filtration, les courbes V vs t données par l'équation ci-dessus ou par l'équation (19), avec $\Omega = 2.\pi.r_2.h$, sont pratiquement confondues.

14 - LES GATEAUX COMPRESSIBLES

Nous avons jusqu'à présent supposé la filtration idéale, c'est-à-dire un gâteau incompressible, dont la structure est homogène et indépendante de la pression utilisée. Cette hypothèse n'est pratiquement jamais satisfaite et ne pourra être adoptée, à la rigueur, qu'en première approximation.

141 - REPARTITION DES PRESSIONS DANS LE GATEAU

On conçoit en effet que la pression appliquée au gâteau se répercute de façon plus ou moins importante sur sa structure. Même si les particules élémentaires présentent une certaine rigidité que l'on peut raisonnablement considérer comme infinie pour certains matériaux, le gâteau qu'elles forment sera toujours plus ou moins tassable. On en déduit que sa structure, donc sa résistance à l'écoulement, donc sa résistance spécifique, dépendront des conditions de pressions utilisées. La compressibilité sera encore plus sensible si on a affaire soit à des particules présentant une certaine souplesse, élasticité ou plasticité naturelle, soit à des agglomérats de particules (flocons) que des pressions, même assez faibles, peuvent déformer ou briser.

Considérons en effet la figure 3 où est schématisé un gâteau de filtration en cours de formation avec, à l'extrémité gauche, la courbe de variation de la pression p_ℓ du liquide.

Cette pression part de la valeur p_1 à l'entrée du gâteau et, par suite de la perte de charge subie par le filtrat au fur et à mesure de son écoulement entre les pores du gâteau, elle décroît progressivement jusqu'à atteindre la valeur p_2 à la sortie du gâteau et p_0 à la sortie du support.

Cette perte de charge étant due au frottement du liquide contre les particules du gâteau, celles-ci seront donc soumises à des forces de frottements (donc à une poussée) globalement orientées dans la direction générale de l'écoulement. Les poussées se cumulant au fur et à mesure que l'on s'enfonce dans le gâteau, il s'ensuivra une certaine pression p_g sur les particules égale au rapport de la poussée par la section du gâteau, et l'égalité des forces en présence à chaque profondeur z donne $\Omega \cdot p_\ell + \Omega \cdot p_g = \text{constante}$, soit $p_\ell + p_g = \text{cste}$. Si on se place par exemple à la limite gâteau-suspension, on a évidemment $p_\ell = p_1$ et $p_g = 0$, c'est-à-dire que la constante est égale à p_1 . On écrira donc, à toute cote z

$$p_\ell + p_g = p_1 \quad (21)$$

p_1 étant constant d'après le principe même de la filtration à pression constante.

Remarques : Notons cependant que cette équation (21) a été obtenue sous réserve d'un certain nombre d'hypothèses :

1 - Les termes d'inertie, correspondant à l'écoulement du filtrat dans le gâteau et à l'éventuel déplacement des particules dû au tassement ont été négligés. Cette approximation est parfaitement justifiée.

2 - Si les particules de la suspension sont très élastiques, elles présenteront, une fois dans le gâteau, non des points de contact, mais des aires de contact. Si on désigne par A le rapport de ces aires de contact à la surface filtrante Ω dans une section quelconque du gâteau, la relation (21) devrait s'écrire : $(1-A) \cdot p_\ell + p_g = p_1$. Le terme A est cependant en général négligeable devant l'unité.

3 - Enfin et surtout, l'écriture de l'égalité des forces correspondant aux pressions p_ℓ et p_g suppose que les deux forces correspondantes entrent seules en ligne de compte et qu'il n'existe en particulier aucun frottement du gâteau contre les parois du filtre. Cette approximation sera acceptable si le gâteau formé a une épaisseur relativement faible comparée aux distances entre les parois du filtre. Mais lorsque l'épaisseur du gâteau devient du même ordre de grandeur que le diamètre intérieur du filtre par exemple (ou supérieure à

ce diamètre), une part non négligeable des forces en présence pourra être absorbée par le frottement du gâteau contre les parois du filtre. Ce cas, exceptionnel dans les filtrations industrielles, pourra par contre se manifester lors d'essais sur cellules au laboratoire. Nous supposerons cependant, au moins provisoirement, que cette approximation est justifiée.

En résumé, nous admettons donc que, à chaque cote z du gâteau, la relation (21) entre p_l et p_g représente de façon satisfaisante les phénomènes réels.

p_l et p_g variant lorsqu'on passe de la cote $z = Z$ (limite gâteau-suspension, où $p_l = p_1$ et $p_g = 0$) à la cote $z = 0$ (limite gâteau-support, où $p_l = p_2$ et $p_g = p_1 - p_2$), on voit donc que le gâteau sera progressivement comprimé. Si les particules formant le gâteau sont déformables ou tassables, on observera une variation progressive de structure avec la pression, c'est-à-dire avec la profondeur.

Ces variations de structure se traduiront par des variations de la résistance spécifique locale α_z et de la porosité locale ϵ_z (donc aussi de W_z d'après les équations (11) et (12).

142 - LA CELLULE DE COMPRESSION-PERMEABILITE

Or, ces variations peuvent être déterminées au laboratoire à l'aide d'un appareil simple : la cellule de compression-perméabilité.

Une telle cellule (figure 4) est constituée par un cylindre vertical, de quelques centimètres d'alésage, ouvert à sa partie supérieure, et fermé à sa base par un fond poreux. Dans ce cylindre coulisse un piston creux, également terminé à sa base par un poreux identique au précédent, ce piston pouvant supporter des charges variables appliquées, soit directement, soit par l'intermédiaire de systèmes de bras de levier.

On commence par former à l'intérieur du cylindre un gâteau de M grammes de matières solides ; une légère dépression (de l'ordre de 1 à 2 cm de Hg) appliquée sous la cellule permet à ce gâteau de se former de façon homogène, sans être gêné par des phénomènes de sédimentation qui entraîneraient une structure variable de la base au sommet du gâteau ; cette dépression doit cependant être suffisamment faible pour ne pas comprimer le gâteau de façon sensible. Une rondelle de papier filtre a préalablement été déposée à la surface du poreux du cylindre pour que des particules du gâteau ne risquent pas de venir colmater ce poreux.

Une autre rondelle de papier filtre identique est déposée sur le gâteau après sa formation, pour protéger également le poreux disposé au fond du piston. Ce piston creux étant mis en place et recevant divers poids est alors, pour chacun de ces poids, alimenté en liquide clair sous une charge faible et constante H . Il s'en suivra, à l'entrée du premier poreux, une pression $p_H = \rho_l \cdot g \cdot H$.

Cette pression tombe à 0 (pression atmosphérique) à la sortie du second poreux et, p_H étant faible, il est logique d'admettre que les chutes de pression successives entre p_H et 0, dans le 1er poreux, le 1er papier filtre protecteur, le gâteau, le 2e papier filtre protecteur et le 2e poreux sont symétriques par rapport au milieu du gâteau ; c'est-à-dire que, en moyenne, la charge hydraulique sur le gâteau est $p_H/2$.

Finalement donc le gâteau sera soumis à une pression p_g qui est la somme de 2 termes :

- d'une part le rapport de l'ensemble des charges (poids appliqués + poids propre du piston - frottements éventuels du piston contre les parois du cylindre que nous supposerons provisoirement négligeables) à la section Ω' du cylindre.

- d'autre part la demi-charge hydraulique $P_H/2$.

Pour une pression p_g donnée, on observe un certain débit de liquide constant V/t , que l'on mesure sous la cellule, et la loi de Darcy permet d'écrire :

$$u_z = \frac{1}{\Omega'} \cdot \frac{dV}{dt} = \frac{1}{\Omega'} \cdot \frac{V}{t} = \frac{1}{\eta} \cdot \frac{P_H}{R_T}$$

R_T étant la résistance à l'écoulement de l'ensemble gâteau + 2 papiers + 2 poreux.

Des séries de mesures effectuées pour des valeurs croissantes de p_g permettront donc de tracer la courbe de R_T fonction de p_g , les essais étant poursuivis jusqu'à la valeur de p_g correspondant à la pression maximale ΔP à laquelle doit être effectuée la filtration.

On élimine alors le gâteau et on effectue une nouvelle série d'essais "à blanc", c'est-à-dire en la seule présence des poreux et des papiers filtre ce qui permettra le tracé de la résistance à blanc R_B en fonction de p_g . La différence entre R_T et R_B pour les diverses valeurs de p_g donnera donc la résistance R_Z du gâteau seul en fonction de p_g .

D'après la définition même de la résistance spécifique, nous savons que $R_Z = \alpha_Z \cdot \frac{M}{\Omega'}$ c'est-à-dire $\alpha_Z = \frac{R_Z \cdot \Omega'}{M}$. On peut donc déterminer $\alpha_Z = f(p_g)$

Mais il faut également connaître les variations de ϵ_Z en fonction de p_g pour pouvoir déterminer, par exemple, les variations de W .

Or, la cellule peut également être équipée (figure 4) d'un micro-mètre (ou d'un cathétomètre extérieur) permettant de mesurer, pour chaque valeur de p_g , la hauteur Z du gâteau (après correction correspondant aux essais à blanc). Sachant que la masse M du gâteau est donnée par $M = \Omega' \cdot Z(1 - \epsilon_Z) \cdot \rho_s$ la mesure de Z permettra donc d'en déduire ϵ_Z , c'est-à-dire de tracer $\epsilon_Z = f(p_g)$.

En résumé donc, la cellule de compression-perméabilité permet de déterminer α_Z et W_Z pour les diverses valeurs de la pression appliquée p_g , que l'on fait croître entre un minimum ($P_H/2$ + pression due au poids du piston seul ou + 0 si le piston est équilibré par contre-poids par exemple) et un maximum égal à la pression maximale ΔP que l'on peut envisager sur le filtre.

Remarque

L'étude sur cellule suppose essentiellement que la pression due au piston et aux charges ajoutées se répartit uniformément sur toute la surface de l'échantillon et surtout sur toute sa hauteur. Or, il est évident que les gâteaux formés dans la cellule à partir de certains matériaux pourront adhérer plus ou moins fortement à la paroi et présenter, par rapport à cette paroi, des coefficients de frottement plus ou moins importants (ce phénomène sera par exemple très sensible dans le cas des argiles ou kaolins). On conçoit donc que, si ces forces parasites sont importantes et si la hauteur du gâteau n'est pas

négligeable vis à vis de son diamètre, une part plus ou moins grande des forces de pression à la base du piston sera absorbée par les parois avant d'atteindre la base du gâteau ; c'est-à-dire que la pression appliquée ne sera pas également répartie sur toute l'épaisseur du gâteau. Pour que ce phénomène puisse être considéré comme négligeable en première approximation, il sera nécessaire que le rapport hauteur/diamètre du gâteau reste suffisamment faible : environ 0,5 maximum dans les meilleurs cas, ce rapport pouvant descendre jusqu'à 0,1 ou moins pour les matériaux "collants".

Le phénomène a été étudié théoriquement et expérimentalement par GRACE [22], HAYNES [24], LU [36] [37], RAWLING [48], SAWAMOTO [53], SHIRATO [54] [59] [64], TAYLOR [70], TILLER [78], WELCH [84] et WILLIS [87].

143 - LES GATEAUX COMPRESSIBLES OBTENUS A PARTIR DE SUSPENSIONS PEU CHARGÉES

On sait que les variations de structure dues aux variations de pression dans le gâteau se traduisent par des variations de la résistance spécifique locale α_z et de la porosité locale ϵ_z , donc aussi de W_z .

Mais nous avons noté plus haut que, si la suspension n'est pas trop chargée en matières solides, le produit $m_z.s$ peut être négligeable devant l'unité, ce qui permet d'écrire $W_z = W = \rho_l .s$. Cette approximation est d'autant plus justifiée que, dans les domaines courants de pressions utilisées, ϵ_z varie relativement peu. Il en sera de même de m_z .

La suspension étant assez peu chargée, nous verrons plus loin que le débit unitaire instantané u_z se conserve sur toute la hauteur du gâteau, ce qui permet de prendre $u_z = u_s$, débit unitaire instantané à la sortie du filtre.

Comme par ailleurs l'équation (21) nous donne $dp_l = -dp_g$, l'équation (10) pourra s'écrire

$$\frac{dp_g}{\alpha_z} = \frac{\eta.W}{\Omega^2} \cdot \frac{dV}{dt} \cdot dV$$

où le premier membre contient les termes p_g et α_z , variables l'un en fonction de l'autre dès que le gâteau est compressible.

Par intégration à un instant donné sur toute la hauteur du gâteau, on obtient

$$\int_0^{p_1 - p_2} \frac{dp_g}{\alpha_z} = \frac{\eta.W}{\Omega^2} \cdot \frac{dV}{dt} \cdot V \quad (22)$$

Or, l'équation (16), valable pour un gâteau incompressible, peut aussi s'écrire

$$\frac{p_1 - p_2}{\alpha} = \frac{\eta.W}{\Omega^2} \cdot \frac{dV}{dt} V \quad (16 \text{ bis})$$

La comparaison de (16 bis) et de (22) suggère de remplacer dans (22) l'intégrale du membre de gauche par $\frac{p_1 - p_2}{\bar{\alpha}}$, ce qui revient à définir une ré-

sistance spécifique moyenne $\bar{\alpha}$, valable lorsque la chute de pression au travers du gâteau est $p_1 - p_2$, et qui vaut donc

$$\bar{\alpha} = \frac{p_1 - p_2}{\int_0^{p_1 - p_2} \frac{dp_g}{\alpha_z}} \quad (23)$$

L'intégrale du dénominateur se déterminera, graphiquement par exemple, à partir des valeurs de α_z vs p_g obtenues sur CCP.

Si on reporte sur un graphique la droite (1) donnant la perte de charge totale, et la droite (2) définie par l'équation (18) :

$$p_2 - p_0 = \eta \cdot u_s \cdot R_s$$

donnant la perte de charge au travers du support seul, la valeur $p_1 - p_2$ de la perte de charge dans le gâteau, pour chaque valeur de dV/dt , est donnée par la différence des ordonnées entre les deux droites (fig. 5).

On écrira alors l'équation (22) :

$$V = \frac{\Omega^2}{\eta \cdot W \cdot (dV/dt)} \cdot \int_0^{p_1 - p_2} \frac{dp_g}{\alpha_z}$$

que l'on pourra chiffrer pour diverses valeurs de $p_1 - p_2$ correspondant à diverses valeurs de dV/dt relevées sur le graphique.

Le temps correspondant sera obtenu par

$$t = \int_0^t dt = \int_0^V \frac{dV}{dV/dt}$$

qui se déterminera aisément à partir des résultats précédents. On constate que, pratiquement, le point figuratif passe très rapidement de la droite vers la gauche, c'est-à-dire que l'essentiel de la filtration s'effectue en général dans une zone où $p_1 - p_2$ diffère peu de ΔP .

On peut d'ailleurs voir, d'après l'équation (18)

$$p_2 - p_0 = \eta \cdot u_s \cdot R_s$$

que le second membre pourra être considéré comme nul, soit si $R_s = 0$, soit lorsque u_s sera devenu suffisamment faible.

On pourra alors écrire $p_1 - p_2 = \Delta P$ et

$$\bar{\alpha}(\text{limite}) = \frac{\Delta P}{\int_0^{\Delta P} \frac{dp_g}{\alpha_z}} \quad (24)$$

On note cependant aussi que $\bar{\alpha}(\text{limite})$ est toujours supérieur (bien que d'assez peu) à $\bar{\alpha}$ vrai. C'est-à-dire que les calculs faits en tenant compte

de la valeur limite de la résistance spécifique ne peuvent conduire qu'à une sous-estimation (en général légère) de la capacité de la filtration.

144 - LES GATEAUX COMPRESSIBLES OBTENUS A PARTIR DE SUSPENSIONS MOYENNEMENT CHARGÉES

Les relations établies au paragraphe ci-dessus supposent essentiellement que la suspension est peu chargée en matières solides, c'est-à-dire que le produit $m \cdot s$ est négligeable devant l'unité, ce qui permet d'écrire $W = \rho_L \cdot s$. Il y aura toujours intérêt à déterminer les valeurs de m_Z correspondant aux porosités extrémales ϵ_Z (pour $p_g = 0$ et $p_g = p_1 - p_2$) afin de se rendre compte si, d'un bout à l'autre de la filtration, cette approximation est justifiée.

S'il n'en est pas ainsi, le problème est théoriquement bien plus complexe : en établissant l'équation (22) par exemple, nous avons groupé sous l'intégrale les quantités susceptibles de varier à chaque instant d'un bout à l'autre du gâteau, à savoir α_Z fonction de p_g , la quantité $W = \rho_L \cdot s =$ constante étant donc sortie de l'intégrale. Mais si l'écriture de W_Z doit être maintenue sous sa forme complète, correspondant à l'équation (11), on voit que W_Z est une fonction de m_Z , donc de ϵ_Z , donc de p_g . Et le terme W_Z devrait également être maintenu sous le signe intégral, c'est-à-dire que l'équation (22) devrait s'écrire :

$$\int_0^{p_1 - p_2} \frac{dp_g}{\alpha_Z \cdot W_Z} = \frac{n}{\Omega^2} \cdot \frac{dV}{dt} \cdot V$$

Théoriquement toujours, en combinant les équations (11) et (12), l'intégrale de l'équation ci-dessus devrait s'écrire :

$$\int_0^{p_1 - p_2} \frac{1}{\alpha_Z} \cdot \frac{(1 - \epsilon_Z) \cdot \rho_s \cdot (1 - s) - \epsilon_Z \cdot \rho_L \cdot s}{\rho_L \cdot \rho_s \cdot (1 - \epsilon_Z) \cdot s} \cdot dp_g$$

Les variations de α_Z et ϵ_Z en fonction de p_g étant connues à partir des essais sur cellule, cette intégrale est donc calculable dans les mêmes conditions qu'au paragraphe précédent.

Pratiquement, il n'est cependant pas nécessaire d'effectuer tous ces calculs. L'expérience prouve en effet que, compte-tenu des pressions de filtration utilisées en pratique (de 0 à 5 ou 10 bars en général) et compte-tenu des variations de porosité des matériaux courants (une porosité baissant dans le rapport de 1 à 2 lorsque la pression passe de $p_g = 0$ à $p_g = p_1 - p_2 =$ quelques bars, caractériserait un matériau déjà fortement compressible), on peut faire intervenir dans les calculs une valeur moyenne W de W_Z , déterminée à partir d'une valeur moyenne m de m_Z , elle-même déterminée à partir d'une valeur moyenne ϵ_m de ϵ_Z .

Cette valeur moyenne W variera légèrement suivant les pressions de filtration utilisées, mais, pour une filtration donnée on pourra faire intervenir sans erreur sensible une valeur moyenne de W aisément calculable si on connaît la valeur moyenne ϵ_m de la porosité dans ces conditions de filtration.

La porosité moyenne est définie par

$$\epsilon_m = \frac{1}{Z} \cdot \int_0^Z \epsilon_Z \cdot dz$$

Or, l'essai sur cellule donne les valeurs de ϵ_z en fonction de p_g et non de z . Pour déterminer ϵ_m , on est amené à faire un changement de variable et à écrire

$$\epsilon_m = \frac{1}{Z} \cdot \int_{p_1-p_2}^0 \epsilon_z \cdot \frac{dz}{dp_g} \cdot dp_g$$

que l'on peut alors déterminer.

Le calcul, développé par ailleurs [33] conduit à

$$\epsilon_m = 1 - \frac{\int_0^{p_1-p_2} \frac{dp_g}{\alpha_z}}{\int_0^{p_1-p_2} \frac{dp_g}{\alpha_z \cdot (1-\epsilon_z)}} \quad (25)$$

Ici encore, si la résistance du support est très faible ou si la filtration dure suffisamment longtemps on pourra écrire

$$p_2 - p_0 = \eta \cdot u_s \cdot R_s = 0, \text{ c'est-à-dire } p_1 - p_2 = \Delta P$$

La porosité moyenne limite sera donc

$$\epsilon_m \text{ limite} = 1 - \frac{\int_0^{\Delta P} \frac{dp_g}{\alpha_z}}{\int_0^{\Delta P} \frac{dp_g}{\alpha_z \cdot (1-\epsilon_z)}} \quad (26)$$

La détermination de ϵ_m se fera graphiquement ou analytiquement suivant que les lois de variation de ϵ_z et α_z vs p_g sont connues de façon purement expérimentale ou peuvent être traduites avec une bonne précision par une équation mathématique simple.

Connaissant ϵ_m on pourra alors calculer la valeur moyenne du coefficient d'humidité m et vérifier si le produit $m \cdot s$ peut ou non être négligé vis à vis de 1 dans l'équation donnant W .

145 - LES GATEAUX COMPRESSIBLES OBTENUS A PARTIR DE SUSPENSIONS FORTEMENT CHARGÉES

Nous avons jusqu'à présent supposé, quelles que soient les éventuelles approximations faites par ailleurs, que l'intégration des équations différentielles de base s'effectuait en supposant la vitesse du fluide constante à chaque instant, quelle que soit la cote z du gâteau, c'est-à-dire en supposant $u_z = u_s = \text{constante}$.

Considérons cependant la figure 6, qui représente les variations de la pression p_g le long du gâteau à 2 instants t et $t + dt$, auxquels correspondent des hauteurs Z et $Z + dZ$. On voit que la pression p_g à une cote donnée augmente dans cet intervalle de temps, et ceci que l'on néglige ou non la résistance du support.

Cette augmentation de pression se traduira par un écrasement de la couche dz qui, telle une éponge comprimée, va expulser une partie de son liquide interstitiel. Ce débit expulsé viendra s'ajouter au débit normal de filtrat provenant des couches supérieures du gâteau, si bien que le débit u_z à la sortie de la couche dz sera supérieur au débit à l'entrée. Ce raisonnement, éten-

du à toute l'épaisseur du gâteau montre donc que la vitesse en fût vide u_z (ou débit unitaire) est bien une fonction de z .

Mais il faut aussi noter que cette vitesse u_z est déterminée par rapport à un repère fixe, les parois du filtre par exemple.

D'autre part, le fait que le gâteau se tasse (en raison de sa compressibilité) veut dire que les particules initialement situées à une certaine cote z se retrouveront un peu plus tard à une cote z' inférieure à z . On observera donc une certaine vitesse de déplacement des particules par rapport à la paroi du filtre.

Or, les équations de filtration doivent faire intervenir la vitesse en fût vide du liquide *par rapport aux particules et non par rapport aux parois*. On sera donc amené à tenir compte, au lieu d'un terme $u_z = u_s = \text{constante}$, d'un terme variable avec la cote z d'une part et égal à u_z diminué de la vitesse en fût vide de déplacement des particules d'autre part.

Les calculs correspondants, relativement complexes, ont été résolus par ailleurs [35]. Ils conduisent à la définition d'une nouvelle résistance spécifique $\alpha_R = J_R \cdot \bar{\alpha}$.

Le coefficient J_R dépend de la pression de filtration ΔP et de la teneur massique s de la suspension en matières solides. Il peut être déterminé à partir des mesures de α_z et ϵ_z fonction de p_g obtenues sur la cellule. Il est au plus égal à l'unité et ne s'en écarte sensiblement (10 à 15 % maximum) que pour des teneurs très élevées de la suspension en matières solides.

On peut donc dire que le fait de prendre $J_R = 1$ (c'est-à-dire de se baser sur la valeur simple $\bar{\alpha}$) ne peut conduire qu'à une sous-estimation légère et souvent négligeable de la capacité du filtre. Les écarts n'atteindront 10 à 15 % environ (et toujours dans le sens de la sécurité des calculs) que pour des boues proches de leur teneur maximale en matières solides.

Remarque

Dans un gâteau de filtration, à la limite gâteau-suspension, la pression sur les particules (donc sur le gâteau) est nulle. Il y correspondra donc une porosité ϵ_1 qui est la porosité maximale du gâteau (c'est celle qui est obtenue par extrapolation pour $p_g = 0$ des porosités ϵ_z dans l'essai sur cellule). Cette porosité correspond donc à celle du dépôt d'une suspension qui se formerait avec une vitesse de sédimentation extrêmement lente ; ce dépôt correspond donc à la teneur maximale concevable de la suspension en matières solides. A cette porosité ϵ_1 correspond une humidité maximale $m_1 = 1 + (\epsilon_1 \cdot \rho_l) / (1 - \epsilon_1) \cdot \rho_s$, et, par comparaison des définitions de s et m , on voit que la teneur maximale de la suspension en matières solides est $s_1 = 1/m_1$.

CHAPITRE II

ESSAIS DE FILTRATION

21 - CONDITIONS EXPERIMENTALES

211 - MATERIAUX UTILISES

Nos essais ont été effectués avec des kieselguhrs, des fibres de nylon, des microbilles de polystyrène sulfoné, des microbilles de verre et des mélanges de certains de ces matériaux.

Nous donnons ci-dessous quelques précisions sur ces matériaux, leur élaboration et leurs caractéristiques essentielles.

2111 - Les kieselguhrs

Le kieselguhr, ou terre de diatomées, est une roche sédimentaire d'origine marine ou lacustre, datant de quelques centaines de milliers à quelques millions d'années. Les dépôts sont constitués par les squelettes silicieux d'algues microscopiques unicellulaires dont environ 15.000 espèces sont actuellement connues. Les particules élémentaires se présentent sous la forme de plaquettes circulaires ou elliptiques ou parfois sous forme allongée. Les dimensions varient de quelques microns à quelques centaines de microns. Ces particules sont criblées d'alvéoles ou de canicules microniques ou submicroniques.

Il en résulte, alors que la masse volumique vraie du produit est proche de celle de la silice ($2,10$ à $2,35 \text{ g/cm}^3$), que la masse volumique apparente du produit à l'état sec est de $0,10$ à $0,30 \text{ g/cm}^3$, soit une porosité de l'ordre de $0,90$ tandis que sous forme de gâteau elle est de $0,30$ à $0,50$ soit une porosité de l'ordre de $0,80$.

Cette grande porosité entraînera une faible conductibilité thermique (de l'ordre de 7 à $8 \cdot 10^{-2} \text{ Kcal/m}^2 \text{ h}^\circ\text{C/m}$) et surtout, dans le domaine qui nous intéresse, une grande perméabilité.

La terre de diatomées sera ainsi utilisée comme "adjuvant" de filtration, permettant de résoudre des problèmes apparemment difficiles : si la texture du support de gâteau est telle qu'il laisserait passer de fines particules à filtrer, il suffira d'y déposer une mince couche de kieselguhr pour obtenir un filtrat limpide ; si les particules à filtrer sont particulièrement colmatantes et ont tendance à former un gâteau très peu perméable, il suffira de mélanger du kieselguhr à la suspension pour le gâteau formé ait une perméabilité acceptable.

Diverses qualités de kieselguhr sont commercialisées, les processus de fabrications étant sensiblement les mêmes, quelle qu'en soit l'origine.

- Le produit brut

La roche sédimentaire est broyée et séchée vers 400-500°. Par passage dans des cyclones, on élimine les grosses impuretés qui auraient pu se déposer avec les diatomées.

Le produit obtenu est d'un gris sale et contient encore des proportions assez nettes de produits lourds (grains de sable). Sa perméabilité est médiocre, de l'ordre de 10^{-10} cm² soit 10 millidarcy, ce qui correspondrait à la perméabilité d'un lit de microsphères de 3 microns environ.

La surface spécifique est de l'ordre de 10^6 cm²/cm³ (environ 50 m²/g) ce qui, traduit en diamètre équivalent par la relation $d_g = 6/a_g$, correspondrait à des particules nettement submicroniques.

Le produit brut est rarement utilisé comme tel, en raison des nombreuses impuretés minérales et organiques qu'il contient, sinon pour ralentir certaines filtrations.

- Le produit calciné

La qualité précédente est passée dans des fours rotatifs, vers 900-1000°, ce qui entraîne la disparition des dernières traces de matières organiques et favorise l'agglomération des fines particules d'argile qui auraient tendance à colmater le gâteau.

Après refroidissement, le produit est à nouveau broyé puis passé dans des cyclones qui éliminent les agglomérats lourds et une partie des particules ultra-fines.

Le produit obtenu est rose saumon en raison de la présence d'oxyde ferrique. Sa perméabilité est de l'ordre de 10^{-9} cm², soit 0,1 darcy, ce qui correspond à la perméabilité d'un lit de billes sphériques de 10 microns environ. Suivant le tri effectué après calcination, le produit obtenu a une surface spécifique de l'ordre de 10^5 à 10^6 cm²/cm³ (5 à 50 m²/g), la porosité ayant un peu diminué.

- Le produit blanc

Malgré le tri, le produit calciné contient encore des quantités assez importantes de particules brisées et de fines, préjudiciables à une bonne "filtrabilité". On les agglomère par passage au four rotatif, à une température de l'ordre de 1100° et en présence d'un "fondant" (carbonate de sodium ou chlorure de sodium) ajouté au produit calciné dans la proportion de 2 à 10 % en poids. Sa présence entraîne une agglomération des fines, donc une diminution de la surface spécifique et un accroissement de perméabilité. Pratiquement la surface spécifique descend vers 5.10^4 cm²/cm³ (2m²/g), la porosité diminuant légèrement mais la perméabilité augmentant une nouvelle fois dans un rapport d'environ 10 pour atteindre des valeurs de l'ordre de 10^{-8} cm² (1 darcy), ce qui correspond à la perméabilité d'un lit de billes de 30 microns environ.

Les produits que nous avons utilisés correspondent sensiblement aux 3 classes définies ci-dessus. Ils sont préparés et commercialisés par la Société SPINDAL, 61 avenue Marceau, 75 Paris 16ème, nos essais ayant porté sur les 3 qualités suivantes :

SP3, produit brut
SPN, produit calciné
SPAM, produit calciné, activé au C₂Na

Les masses volumiques ont été mesurées au picromètre à air Beckmann, sous atmosphère d'hélium, à $\pm 0,01 \text{ g/cm}^3$ près environ.

SP3	$\rho_s = 2,32 \text{ g/cm}^3$
SPN	$\rho_s = 2,21 \text{ g/cm}^3$
SPAM	$\rho_s = 2,31 \text{ g/cm}^3$

La répartition granulométrique a été déterminée au compteur de particules "Coulter-Counter" pour les 3 qualités ci-dessus.

Les histogrammes cumulatifs sont reproduits sur la figure 7. Mais il faut noter qu'ils ne représentent qu'approximativement la granulométrie effective de produits complexes comme les kieselguhrs

- les histogrammes ignorent les fines inférieurs à 2 microns environ. Or, on peut remarquer par exemple qu'un échantillon de SPN en suspension garde plusieurs jours une surverse trouble, ce qui n'est pas le cas pour le SPAM et l'est à peine pour le SP3. On sait que ces fines particules, par leur surface spécifique importante, ont une répercussion non négligeable sur la résistance spécifique du gâteau.

- les orifices disponibles pour les mesures sur le "Coulter-Counter" n'ont pas permis la mesure de particules d'un diamètre supérieur à 70 microns environ. Or, un simple tamisage humide met en évidence, pour chacun des lots, un pourcentage non négligeable de particules de dimensions supérieures : environ 6 % (en poids) pour le SP3, 4 % pour le SPN et 17 % pour le SPAM. Ces "grosses" particules sont cependant très différentes comme le montre un simple examen au microscope : pour les produits calcinés (SPN et SPAM) il s'agit essentiellement d'agglomérats très poreux de diatomées ou de débris de diatomées. Ce seront donc des particules volumineuses mais légères. Pour le SP3 par contre il s'agit essentiellement de grains de sable massifs, aussi volumineux que les précédents, mais relativement lourds.

Les surfaces spécifiques ont été mesurées au laboratoire de Madame BASTICK, Professeur, que nous remercions de son obligeance. Les valeurs trouvées sont

SP3	$53 \text{ m}^2/\text{g}$	, soit $1,2 \cdot 10^6 \text{ cm}^2/\text{cm}^3$
SPN	$34 \text{ m}^2/\text{g}$	, soit $7,5 \cdot 10^5 \text{ cm}^2/\text{cm}^3$
SPAM	environ $1 \text{ m}^2/\text{g}$	, soit environ $2,3 \cdot 10^4 \text{ cm}^2/\text{cm}^3$

2112 - Les fibres de nylon

Les fibres de nylon utilisées nous ont été fournies par la Société LeFlockage, 12 rue Jeanne d'Arc, 92 Issy-les-Moulineaux.

Ces fibres sont essentiellement destinées à la fabrication de décors, papiers, feutrinés, moquettes, etc... Elles sont obtenues par découpe au massicot de faisceaux de fibres préalablement filées à un diamètre donné.

Rappelons à ce sujet que les industries textiles chiffrent encore les diamètres de leurs fils en deniers, le denier étant le poids en grammes de 9000 mètres de fils. Nous avons ainsi utilisé des fibres de nylon de 1,5 et 15 deniers, ce qui, compte tenu de la masse volumique du nylon de $1,14 \text{ g/cm}^3$, correspond à des diamètres théoriques moyens de 13,6 et 43,1 microns.

Chacune des ces deux qualités nous a été livrée dans des longueurs de 0,5 - 1,0 - 1,5 - 2,0 - 2,5 mm. L'expérience nous a montré que les "grandes" longueurs (2,5 - 2,0 - 1,5 mm) étaient pratiquement inutilisables sur notre installation ; lors de la circulation de ces suspensions, on observait rapidement la formation de paquets de fibres dans les robinets et aux raccords de conduites, avec blocage rapide du mouvement des fibres.

D'autre part, la coupe au massicot des écheveaux de fibres se traduit parfois par de véritables soudures des fibres entre elles à leurs extrémités, certaines de ces fibres soudées étant pratiquement inséparables même par une agitation intense en présence d'agents dispersants. De tels paquets, pouvant contenir jusqu'à 10 ou 15 fibres, pourront perturber de façon imprévisible le comportement de la filtration.

La mouillabilité des fibres est très acceptable à condition de rajouter à l'eau de la suspension du "Teebol" dans des proportions n'excédant pas $10^{-4} \text{ cm}^3/\text{cm}^3$.

Un léger gonflement des fibres est observé lorsqu'elles sont restées en suspension un certain temps dans l'eau. La figure 8 traduit l'histogramme des diamètres des fibres sèches d'une part et mouillées d'autre part pour un nylon "G" (d 15 deniers, L = 0,48 mm). L'accroissement moyen de diamètre est inférieur à 3,5 % et est donc de l'ordre de 6,5 % sur la section. L'influence du gonflement sur la longueur est négligeable, au moins en valeurs relatives ; la répartition de ce type de fibres en longueurs, à l'état sec, est donnée sur la figure 9.

Les figures 10 et 11 donnent ces mêmes répartitions, en diamètre et longueur, pour le nylon "H", toujours sous forme sèche.

2.1.2 - Les polystyrènes sulfonés

Ces produits nous ont été fournis par la Société DIA-PROSIM, 107 rue Edith-Cavell, 94 Vitry-sur-Seine.

a) Premier lot

Il s'agit de polystyrène croisé à 2 % de divinyl-benzène et sulfoné à cœur. C'est un produit qui, dans des dimensions de l'ordre de 1 à quelques millimètres, est normalement utilisé comme résine échangeuse de cations. Il est très aisément mouillable, sans former d'agglomérats, ce qui était un des buts recherchés. Sa couleur est brune très foncée, les particules étant parfaitement sphériques. Le produit reçu d'usine a été tamisé plusieurs fois jusqu'à élimination à peu près complète des fines sur chaque tamis. Chaque lot ainsi recueilli a ensuite passé, plusieurs fois également, sur un séparateur vibrant destiné à éliminer les particules brisées et les agglomérats de petites particules non isolées par les tamis.

Le lot utilisé a sa courbe granulométrique traduite sur la figure 12. Le diamètre moyen en surface, donné par la relation
$$d_m = \frac{\sum n_i d_i^3}{\sum n_i \cdot d_i^2}$$
 a été trouvé de 74,4 microns pour le produit sec.

La masse volumique correspondante, mesurée au pycnomètre à air sous atmosphère d'hélium, est de $1,50 \text{ g/cm}^3$ (à 3 % près). Cette valeur a été confirmée par immersion du produit dans des solutions d'acide sulfurique de masses volumiques comprises entre 1,4 et $1,6 \text{ g/cm}^3$.

Notons que le polystyrène croisé à 2 % de D.V.B., mais non sulfoné, a une masse volumique de $1,04 \text{ g/cm}^3$.

Le polystyrène sulfoné, versé sec dans une éprouvette graduée et légèrement tassé, accuse une porosité d'environ $0,40 \pm 0,01$, valeur normale pour un matériau sphérique de granulométrie resserrée.

Si ce produit est ensuite mis en suspension dans de l'eau ordinaire, ce qui maintient la sphéricité quasi-parfaite des particules comme le montre l'examen au microscope, on constate un accroissement du volume global du gâteau de 60 à 65 %, soit un accroissement du diamètre des particules de 17 à 18 % si on admet que la porosité reste sensiblement identique.

Les courbes granulométriques de la figure 12 confirment d'ailleurs ces résultats.

En rajoutant une masse donnée de poudre sèche à une volume donné d'eau, en mesurant l'accroissement du volume global et en supposant que la porosité reste d'environ 0,4, on peut voir que l'absorption d'eau par les particules se traduit par une diminution de leur masse volumique qui passe ainsi de 1,50 à environ 1,31 g/cm³.

La principale caractéristique de ce produit est sa masse volumique importante par rapport à l'eau. On conçoit en effet que, si la densité relative particules/eau n'est pas négligeable et si la filtration est d'assez grande durée, la vitesse de sédimentation risque de ne plus pouvoir être négligée vis à vis de la vitesse d'écoulement de la suspension, ce qui perturbera les équations de filtration.

Nous avons choisi ce polystyrène dans ce sens, pour tester les relations que nous avons établies dans le cas de vitesses de sédimentation non négligeables.

b) Deuxième lot

Pour éviter les inconvénients de la sédimentation, nous avons demandé à la Société DIA-PROSIM de nous fournir des microbilles de polystyrène croisé à 2% de D.V.B., mais non sulfonées.

La masse volumique est de 1,04 g/cm³ et diffère donc peu de celle de l'eau. Mais il présente deux inconvénients :

- d'une part il est très difficilement mouillable. Même en présence de "Teepol" par exemple, de nombreuses particules s'agglomèrent autour de bulles d'air, les flocons ainsi formés présentant une masse volumique apparente inférieure à celle de l'eau, et étant difficiles à disperser.

- d'autre part, lors du tamisage, les particules s'électrisent et colmatent à peu près instantanément les tamis, tout en se séparant très mal.

Nous avons donc mis au point une technique de sulfonation superficielle du produit, suffisante pour lui assurer une très bonne mouillabilité, mais assez douce pour ne pas l'alourdir outre mesure.

On mélange 100 gr de polystyrène à 1100 gr environ d'acide sulfurique concentré et on chauffe pendant 1 heure à 100°C. Après refroidissement lent et rinçage à l'eau ordinaire sur büchner, l'excédent d'acide est neutralisé par lavage avec une solution saturée en CO₃Na₂, puis le produit est rincé à l'eau permutée et séché à 50°C.

Le produit obtenu peut être alors passé sur tamis et séparateur vibrant et se mouille très aisément.

On constate cependant que, au bout d'une centaine d'heures de séjour en suspension, la sulfonation a partiellement disparu. Le produit reste encore mouillable en présence d'agents tensio-actifs, mais est pratiquement intamisable.

D'autres techniques de sulfonation, théoriquement plus efficaces, ont été signalées dans la littérature [1] [45] [86].

On propose par exemple le traitement à l'acide chlorosulfonique du polystyrène mis en suspension dans du tétrachloréthylène. Divers essais ne nous ont pas donné l'accroissement de vie escompté, mais ont par contre fortement accru la masse volumique des particules.

On peut également envisager, et même avec du polystyrène non croisé, une sulfonation par fluïdisation dans un courant d'air sec et de SO_2 . Divers essais expérimentaux ne nous ont pas permis de conclure sur l'efficacité de cette dernière technique.

La méthode la plus simple pour que le produit soit à nouveau bien tamisable consiste à refaire une sulfonation de courte durée à l'aide d'acide sulfurique : un traitement de 5 à 10 minutes suffit à rendre le produit parfaitement tamisable (et mouillable) sans augmentation sensible de sa masse volumique.

Notons enfin que la sulfonation superficielle n'entraîne aucun gonflement sensible des particules une fois en suspension dans de l'eau.

La figure 13 donne les répartitions granulométriques des matériaux étudiés.

2114 - Les billes de verre

Le polystyrène sulfoné dans la masse permet, dans une certaine mesure, des contrôles des théories de la sédimentation en filtration. Le gonflement du produit, qui semble variable avec le pH de la suspension, entraîne cependant certaines incertitudes sur les résultats.

Nous avons donc cherché une vérification plus sûre de ces calculs en utilisant un matériel inerte et donnant naissance à des gâteaux incompressibles et sensiblement intassables : des microbilles de verre.

Le produit brut nous a été fourni par la Sté Verre-Industrie, 130 rue du Faubourg St Denis, Paris 10ème. Il s'agit de la qualité "Flex-o-Fill" utilisée habituellement comme charge inerte ou comme agent réflectorisant. Le produit original a une granulométrie allant de 10 à 90 microns environ.

Un premier tamisage a été effectué sur des tamis à mailles carrées classiques, suivi de passages au séparateur vibrant afin d'éliminer, dans chaque lot, les particules non sphériques (le séparateur tournant n'est utilisable qu'au-delà de 200 à 250 microns environ).

Pour parfaire la séparation certains lots ont enfin été passés sur des tamis électro-formés, dont les orifices sont bien mieux calibrés que ceux des tamis à mailles classiques.

La courbe granulométrique du lot utilisé est reproduite sur la figure 14. La masse volumique du produit est de $2,410 \text{ g/cm}^3$

212 - APPAREILS D'ESSAIS

Nous avons effectué nos essais sur trois types d'appareils :

- un filtre presse de laboratoire, modèle réduit d'un filtre industriel,
- une cellule de filtration
- une cellule de compression-perméabilité

L'un des buts recherchés était de contrôler les possibilités d'extrapolation d'un appareil à un autre.

2121 - Le filtre-presse (voir figures 15 et 16)

Il s'agit d'un filtre-presse classique à plateaux et cadres sur lequel on peut monter jusqu'à 6 surfaces filtrantes de 260 cm^2 chacune (Filtre A.P.L., Sté Philippe 109 rue H. Barbusse 78 - Houilles).

La suspension est amenée dans les cadres par un orifice supérieur médian, le filtrat étant repris par l'une ou l'autre des canalisations inférieures latérales.

Les orifices supérieurs latéraux peuvent être utilisés pour d'éventuelles opérations de lavage des gâteaux.

La suspension est préparée dans un bac en acier inoxydable (1) de 140 litres. Une double enveloppe permet la circulation d'eau de refroidissement (2). Un agitateur à pales de grands diamètres assure un brassage de la suspension. Une pompe centrifuge (3) prélève la suspension à la base du bac et l'y renvoie latéralement pour donner au préfilt un mouvement de rotation contraire à celui imposé par l'hélice. On évite ainsi la formation de tourbillons et l'entraînement d'air vers le filtre.

Dans le trajet de la pompe est intercalé un tube de gros diamètre (4), intérieurement garni de 3 épingles de refroidissement en tube cuivre. Un thermomètre à contact (5) contrôle la température de la suspension et, par l'intermédiaire d'un relais temporisé, commande l'électro-robinet (6) d'alimentation de ce circuit de refroidissement (7). En réglant les débits d'eau dans les deux circuits de refroidissement (double enveloppe du bac et épingles en tube cuivre) on peut stabiliser la température de la suspension à quelques $1/10$ de degrés, c'est-à-dire filtrer un liquide de viscosité sensiblement constante.

L'alimentation du filtre (8) est piquée sur le circuit de recirculation. Un robinet à soupape (9), placé entre ce piquage et le bac permet de modifier la pression dans cette zone, donc à l'entrée du filtre.

Ce réglage étant cependant difficile à effectuer de façon précise, on stabilise au mieux la pression de filtration en faisant varier la vitesse de rotation du moteur de commande de la pompe (moteur à courant continu alimenté à partir d'un redresseur et par l'intermédiaire d'un potentiomètre).

La pression à l'entrée du filtre est donnée, soit par un manomètre métallique à lame (10), soit par un manomètre à mercure (11).

La pression à la sortie, peu différente de la pression atmosphérique, à la pression hydrostatique et à la faible perte de charge près dans le cir-

cuit, est mesurée par un manomètre à eau (12).

Les toiles filtrantes sont en C.P.V., qui se découpe aisément au fer à souder sans nécessité de travaux de couture.

Chaque surface filtrante a une aire de 260,4 cm². On peut en disposer au maximum 6 (soit 1562 cm²) et au minimum 1 en recouvrant la surface d'un des plateaux d'une feuille plastique adhésive.

Les cadres ont une épaisseur de 3 cm ce qui permet donc, dans des conditions d'utilisation normales, le dépôt de gâteaux de 1,5 cm.

Le filtrat est recueilli en (13), soit dans des bacs jaugés de 20 litres munis de tubes de niveau gradués, soit dans un bac disposé sur le plateau d'une balance de portée 30 kg, à 5 tours, graduée par 10 grammes.

Pendant les premières secondes des essais les débits sont relativement importants et varient rapidement : les indications de la balance sont alors supérieures à la masse de filtrat effectivement recueillie, mais ce décalage devient rapidement négligeable.

Compte-tenu des quantités assez importantes de matière consommées par le filtre-presse à chaque essai (sur les 130 l de suspension, environ la moitié constituent un volume non filtrable), nous nous sommes limités aux études sur un matériau peu coûteux : le kieselguhr.

L'eau distribuée par les canalisations du laboratoire étant d'une clarté parfois douteuse, le filtre est alimenté en eau préalablement filtrée à 5 microns sur cartouche.

Tous les essais (sauf exception) ont été effectués en rajoutant 650 g de kieselguhr à un volume théorique de 130 l d'eau qui s'est pratiquement avéré être 134,4 l, compte-tenu des volumes de canalisations annexes, soit 4,83 g de kieselguhr ou de mélanges de kieselguhrs par litre d'eau claire. Un simple bilan montre que la teneur massique de la suspension en matières solides est :

$$s = \frac{4,83 \cdot 10^{-3}}{\rho_l + 4,83 \cdot 10^{-3}} = 4,81 \text{ g/g}$$

La porosité des divers kieselguhrs étant de l'ordre de 0,8 et leur masse volumique de l'ordre de 2,3 g/cm³, le coefficient d'humidité m donné par l'équation (12) vaut 2,74. On en déduit que W, donné par l'équation (11) vaudra 4,87.10⁻³ g/cm³.

Dépouillement des mesures

Le but des essais est la détermination de la résistance spécifique $\bar{\alpha}$ pour chaque pression de filtration utilisée. Cette valeur est théoriquement déduite de la pente de t/V vs V , V étant le volume de filtrat recueilli au bout du temps t .

Une difficulté apparaît cependant dans la détermination du temps 0 de l'opération.

- On peut choisir cette origine des temps à l'ouverture du robinet d'alimentation du filtre. Mais il faudra alors un certain temps à la suspension

pour remplir l'ensemble des cadres, et le temps réel sera inférieur au temps mesuré, d'une quantité indéterminée.

- On peut également choisir cette origine à la 1ère goutte de filtrat tombant dans le bac de mesure. On pourrait alors penser avoir un temps réel supérieur au temps mesuré, mais il semble que, avant le remplissage complet des cadres par la suspension, du filtrat commence par être évacuée : le temps réel sera encore inférieur à ce temps mesuré.

Il serait théoriquement possible, en traçant t vs V , de mesurer l'origine vraie des temps. La précision de cette détermination est cependant illusoire : pendant les premiers instants la pression n'est pas stabilisée tandis que les indications relevées au vol sur la balance qui reçoit le choc du filtrat sont également douteuses. Et ce sont ces premières valeurs qu'il serait important de connaître avec précision pour la détermination du vrai temps zéro : une erreur de quelques secondes sur t va entraîner, surtout au départ, des valeurs de t/V trop fortes ou trop faibles, c'est-à-dire une pente de t/V vs V trop faible ou trop forte (ce décalage de temps n'a qu'une influence faible sur les dernières valeurs, lorsque le temps est de plusieurs centaines de secondes).

Or, on peut considérer que, pratiquement, les conditions stables de filtration sont obtenues au bout de 20 à 30 secondes environ. En choisissant un temps limite de 40 secondes, on peut penser que l'on est assuré de la stabilité ultérieure des conditions opératoires.

Soit t_0 ce temps et V_0 le volume de filtrat alors recueilli.

Au-delà de ce point et par rapport au nouveau système d'axes de coordonnées (t', V') correspondant, on aura donc une loi de filtration $t' = f(V')$ avec $t' = 0$ pour $V' = 0$. Quelle que soit la loi de variation entre l'origine arbitraire des temps et volumes (t, V) et ce point limite (t_0, V_0) on peut donc écrire $t = t' + t_0$ et $V = V' + V_0$ soit $t - t_0 = f(V - V_0)$. Le tracé de $(t - t_0)/(V - V_0)$ vs $V - V_0$ devrait donc conduire, pour $t > t_0$ et $V > V_0$ à une représentation linéaire de pente $\frac{\eta \cdot \alpha \cdot W}{2 \cdot \Delta P \cdot \Omega}^2$ et d'ordonnée à l'origine $\frac{\eta \cdot R_s}{\Delta P \cdot \Omega}$

Remarques :

1° - On verra plus loin que cette pente peut également être obtenue en traçant $(t - t_0)/(V - V_0)$ versus $V + V_0$, ce qui correspond à une simple translation parallèlement à l'axe des V .

2° - Les mesures, relativement rapides, nécessitent en général la présence de 2 ou 3 personnes : une personne note au vol les mesures des volumes de filtrat, aux "tops" donnés par une seconde personne qui s'occupe en même temps de la stabilisation de la pression. Pour les essais sur matériaux très perméables testés sous fortes pressions, la présence d'une personne responsable de chaque opération est nécessaire.

2122 - La cellule de filtration

a) Montage initial

Le montage initialement utilisé était très simple comme le montre la figure 17. Il comprenait la cellule de filtration, élément de tube en verre "Pyrex" terminé à sa base par une grille recevant la toile support du gâteau, et au-dessus de laquelle était disposé le réservoir cylindrique de préfilt, également en "Pyrex".

Ce réservoir, monté en vase de Mariotte, recevait directement une pression détendue et régulée d'air comprimé. Une pompe centrifuge aspirait le préfilt à la base du réservoir et le renvoyait en pluie à sa partie supérieure en passant par l'intermédiaire d'un refroidisseur à tubes concentriques muni d'un électro-robinet commandé par un thermomètre à contact. On stabilisait ainsi la température, tout en assurant un brassage efficace de la suspension.

b) Montage modifié

Cependant, en multipliant les essais sous diverses conditions, une irreproductibilité certaine des résultats était apparue.

Un examen approfondi du gâteau en cours de formation montre alors l'existence, au voisinage du support, de minuscules bulles d'air : la suspension étant fortement agitée en présence d'air sous pression, une certaine quantité d'air s'y dissolvait et pouvait ensuite être libéré lorsque, en raison de la chute de pression progressive du filtrat lors de son cheminement au travers du gâteau, cette pression atteignait une valeur suffisamment faible. Il se produisait alors un colmatage du gâteau par l'air, freinant considérablement l'écoulement et perturbant les résultats.

Des essais ultérieurs ont montré l'importance de ce phénomène, comme on peut le voir sur la figure 18. Pour une même durée de filtration, le volume recueilli est beaucoup plus faible lorsque la suspension est aérée que lorsqu'elle est désaérée.

Nous avons donc réalisé un autre appareil, en cherchant essentiellement à isoler le préfilt de l'air comprimé.

Le schéma de l'appareil est donné sur la figure 19. La pression d'air comprimé est transmise à un vase de Mariotte (1) qui alimente une vessie en caoutchouc (4) placée à l'intérieur d'un réservoir sphérique en "Pyrex" de 50 litres (3).

L'eau devant servir à préparer la suspension est préalablement dégazée dans un réservoir (12) alimenté par (16) en eau filtrée à 5 microns sur un filtre à cartouche. Le dégazage est effectué par (15) sous le vide d'une trompe à eau, pendant 30 minutes environ, en chauffant l'eau vers 40-50°C par la résistance électrique (13).

Le dégazage se traduit par l'apparition d'une multitude d'assez petites bulles, tandis qu'en fin d'opération apparaissent des grosses bulles de vapeur. L'eau dégazée est ensuite ramenée aux environs de 20°C en faisant circuler de l'eau de ville dans le circuit (14).

Une pompe centrifuge (11) renvoie cette eau dans le ballon (3) en la faisant circuler du bas vers le haut au travers de la cellule de filtration (9).

Une burette de "Teepol" reliée à un petit robinet placé à l'aspiration de la pompe permet de rajouter éventuellement les 2 ou 3 cm³ d'agent mouillant nécessaire pour aider à la dispersion de certains matériaux.

Une fois le ballon rempli de 35 litres d'eau dégazée, la quantité ad hoc de matière solide à filtrer y est rajoutée, le ballon est fermé, à l'exception des robinets de purges d'air placés aux points hauts et on élimine l'air restant en remplissant progressivement la vessie (4) par l'intermédiaire du vase de Mariotte (1).

La suspension n'étant donc plus en contact avec l'air ambiant, on met en route la pompe de circulation (5) et le circuit de l'électro-robinet (7) commandé par le thermomètre à contact (2). On peut ainsi refroidir la suspension dans l'échangeur (8). Un réchauffage de la suspension pouvant également être nécessaire, un bec de gaz (non représenté sur le schéma) est placé sur le circuit de la pompe (5).

Le vase de Mariotte (1) est alors rempli par le robinet (22) jusqu'à un niveau fixe, et on ferme la mise à l'air (21).

Le vase de Mariotte est mis sous pression d'air comprimé par l'intermédiaire d'un réservoir tampon de 200 litres (non figuré) et débitant en (17) dans le vase. En effet, le mano-détendeur de réglage d'air, initialement utilisé seul, ne nous donnait pas satisfaction : son débit était insuffisant en début d'opération pour assurer une montée en pression rapide, tandis que, en fin d'essai, lorsque le débit devient très faible, la régulation était plus que douteuse. La pression cherchée est lue sur le manomètre à mercure (6) en tenant compte du décalage de hauteur entre la base du tube plongeur du vase de Mariotte et la cellule.

Après avoir laissé tourner la pompe de circulation un certain temps pour bien homogénéiser la suspension, on ouvre le robinet entre ballon et cellule et l'essai commence.

Pour régulariser au maximum la pression de filtration (ou plus exactement la perte de charge au travers du filtre), un manomètre différentiel mercure-eau (10) est disposé aux bornes de la cellule. Les prises de pression statique correspondantes sont piquées sur des canalisations de diamètres identiques (20 mm) de façon à ne pas avoir à tenir compte de la correction de pression dynamique. Une cellule photo-électrique (18), réglable en hauteur, permet la commande d'un électro-robinet (19) branché sur le circuit d'air du vase de Mariotte, et qui s'ouvre dès que la pression dépasse la valeur affichée. La perte de charge aux bornes de la cellule se trouve ainsi régularisée à ± 1 à 2 mm de mercure.

Le filtrat est recueilli dans un réservoir placé sur le plateau d'une balance de 30 Kg de portée, à 5 tours, graduée par 10 grammes. A la fin de l'essai, il suffira de remettre le vase de Mariotte à l'atmosphère par (21), de reprendre de l'eau dégazée dans (12) et de la renvoyer dans le ballon grâce à la pompe (11) en repassant par la cellule (9), jusqu'à ce que le vase de Mariotte soit à nouveau rempli jusqu'à son niveau initial.

Cette technique permet, d'une part de fluidiser le gâteau préalablement formé dans la cellule et d'en renvoyer la totalité dans le ballon, ce qui permettra de retrouver les mêmes conditions de concentration d'un essai au suivant, et d'autre part de rincer efficacement la toile support à contre-courant par du liquide clair, c'est-à-dire éventuellement de la décolmater.

Lorsque le gâteau est entièrement fluidisé, la mesure de la perte de charge au manomètre (10) et la mesure de la vitesse d'élévation de l'eau dans le vase de Mariotte permettent de déterminer la résistance de la toile à l'écoulement.

Lorsque l'on effectue des mélanges de particules, il importe de pouvoir modifier les pourcentages relatifs de chacun des produits. Pour ce faire, il suffira de prélever, par le robinet (20) un volume donné de suspension, puis de rajouter dans le ballon la quantité voulue d'un des constituants purs ainsi que le volume nécessaire d'eau dégazée.

En fin d'une série d'essais, on pourra prélever, par le robinet (20), des volumes connus de suspension. Par filtration sur Büchner, puis séchage du gâteau obtenu et éventuellement tamisage, on pourra s'assurer que la suspension a bien la teneur prévue en ses constituants.

Des circuits de lavage (non représentés) permettent le rinçage complet des canalisations et réservoirs en fin d'une série d'essais.

Notons également que la pompe centrifuge de circulation (5) a été considérablement modifiée pour qu'elle ne risque pas de broyer ou d'user les particules solides, ce qui était initialement le cas. Un nouveau rotor sans angles vifs a été fabriqué et a été largement décalé du corps de pompe. La garniture à tresses a été remplacée par un joint à lèvre et l'arbre de la pompe supporté par deux roulements. Les parties brutes de fonderie du corps de pompe ont été soigneusement polies pour éliminer le maximum de rugosités.

Les orifices d'aspiration et de refoulement du circuit de suspension dans le ballon ont été disposés en des points diamétralement opposés pour éviter tout effet de mouvement giratoire du préfilt qui pourrait être à l'origine d'une certaine inhomogénéité.

La liaison entre les pompes et le ballon est faite par l'intermédiaire de tubes en matière plastique de façon à ne pas transmettre de vibrations à la cellule, donc au gâteau.

c) La cellule de filtration proprement dite

La cellule de filtration initiale, en "Pyrex" a été remplacée par une cellule en "Plexiglas", plus élaborée (voir figure 20).

Cette nouvelle cellule est caractérisée par :

- une très bonne définition géométrique de l'alésage
- une réalisation mécanique soignée de la face supérieure et du système de positionnement du support, assurant des démontages faciles et une très bonne étanchéité, même sous forte pression
- un système original de graduations internes, permettant la lecture des hauteurs du gâteau sans effet de parallaxe et sans créer de rugosité des parois.

Pour réaliser ces graduations, nous avons mis au point la technique suivante : le diamètre final de l'alésage devant être de 50,5 mm ($\Omega \neq 20 \text{ cm}^2$), l'alésage sur le tour a d'abord été arrêté à la cote de 49,5. Puis, à l'aide d'un outil soigneusement affûté en pointe triangulaire, des gorges ont été creusées tous les 10 mm, de façon que la pointe de l'outil pénètre jusqu'à un diamètre de 50,8 mm.

Ces gorges ont alors été remplies d'un monomère de "Plexiglas" teinté et d'un durcisseur. Après durcissement, la pièce n'ayant évidemment jamais été démontée du tour, l'alésage a été terminé à la cote de 50,5 et les surfaces polies. On obtient ainsi un cylindre comportant des graduations internes nettes et indélébiles permettant une lecture sans effet de parallaxe tout en maintenant une surface interne parfaitement lisse et réduisant donc au maximum les frottements du gâteau contre les parois.

Notons enfin que la teneur réelle de la suspension en matières solides ne correspond pas exactement aux 5 grammes par litre mis dans le ballon au départ : le ballon est en effet rempli de 35 litres d'eau environ, mais

les canalisations annexes, le corps de pompe, etc... contiennent également un volume d'eau claire non négligeable et légèrement variable suivant le mode opératoire adopté. Pour être certain de la valeur de s , donc de W , on prélève en fin de série de manipulations, quelques litres de suspension que l'on filtre sur papier. Par pesée du gâteau séché, on en déduit $s = 4,6.10^{-3}$ à $\pm 1\%$ environ.

Comme sur le filtre-presse, les essais nous fournissent les volumes de filtrat recueillis en fonction du temps, d'où on pourra déduire la résistance spécifique moyenne $\bar{\alpha}$ du gâteau pour la pression utilisée.

Certains essais sont extrêmement rapides et ne permettraient pas de noter les volumes de filtrat recueillis ni les épaisseurs de gâteau tout en rajustant éventuellement la pression de l'air comprimé. Ces essais ont été effectués à l'aide de 2 ou 3 personnes, les indications, notées au vol étant dictées à deux magnétophones. Les temps correspondants étaient indiqués à intervalles réguliers, l'expérience prouvant que la vitesse des magnétophones est différente à l'enregistrement et à la lecture et se modifie aussi dans le temps.

d) Les variations initiales de pression

Nous avons indiqué, au paragraphe b ci-dessus, que l'alimentation en air comprimé du vase de Mariotte se faisait par l'intermédiaire d'un réservoir tampon de 200 litres.

Ce réservoir n'a cependant pas toujours existé, et divers essais, en particulier sur des suspensions de fibres, effectués il y a quelques années, l'ont été en alimentant directement le vase de Mariotte à partir d'un mano-détendeur.

Dans ces conditions, lorsque l'on ouvrait le robinet d'admission de la suspension dans la cellule, le débit d'air aurait dû passer à peu près instantanément de 0 à 1 ou 2 litres/seconde. Mais le mano-détendeur ne "suivait" pas et la pression de consigne n'était atteinte qu'au bout de temps variables mais atteignant fréquemment 10 à 15 secondes (avec le réservoir tampon la pression aux bornes de la cellule atteint sa valeur de consigne au bout de 1 à 2 secondes au maximum et s'y stabilise ensuite parfaitement). Des temps de mise en régime de 10 à 15 secondes ne sont évidemment pas négligeables devant certaines durées totales d'essais qui, pour des fibres, peuvent être inférieures à 1 minute. Il ne sera plus alors possible d'appliquer directement les équations de filtration à pression constante.

La mise en équation et l'interprétation correspondante sont cependant très simples si on a pris la précaution de noter les variations de la pression en fonction du temps.

Considérons en effet le schéma de la figure 21 donnant cette pression de filtration aux bornes de la cellule en fonction du temps. ΔP_F est la valeur de consigne, atteinte au bout d'un temps t_0 .

Le support ayant une perte de charge négligeable, on peut considérer que toute la perte de charge est localisée dans le gâteau.

tant Que la pression soit stabilisée ou non on peut écrire à tout ins-

$$\Delta P = \frac{\eta \cdot \bar{\alpha} \cdot W}{\Omega^2} \cdot \frac{dV}{dt} \cdot V$$

soit

$$\Delta P \cdot dt = \frac{\eta \cdot \bar{\alpha} \cdot W}{\Omega^2} V \cdot dV \quad \text{qui, intégré de 0 à } t \text{ s'écrit}$$

$$\int_0^t \Delta P \cdot dt = \frac{\eta \cdot \bar{\alpha} \cdot W}{2 \cdot \Omega^2} \cdot V^2$$

L'intégrale se décompose en :

$$\int_0^t \Delta P \cdot dt = \int_0^{t_0} \Delta P \cdot dt + \int_{t_0}^t \Delta P \cdot dt$$

On a $\int_{t_0}^t \Delta P \cdot dt = \Delta P_F \cdot (t - t_0)$ et on peut aussi écrire que $\int_0^{t_0} \Delta P \cdot dt$ représente l'aire hachurée de la figure 21 et est donc une fraction de l'aire du rectangle $\Delta P_F \cdot t_0$

$$\int_0^{t_0} \Delta P \cdot dt = \beta \cdot \Delta P_F \cdot t_0 \quad \text{avec } \beta < 1$$

On détermine facilement cette valeur β à partir du tracé de ΔP vs t .

$$\text{On aura donc } \beta \cdot \Delta P_F \cdot t_0 + \Delta P_F \cdot (t - t_0) = \frac{\eta \cdot \bar{\alpha} \cdot W}{2 \Omega^2} \cdot V^2$$

$$\text{soit } t - t_0 \cdot (1 - \beta) = \frac{\eta \cdot \bar{\alpha} \cdot W}{2 \cdot \Delta P_F \cdot \Omega^2} \cdot V^2$$

Pour déterminer $\bar{\alpha}$ on portera donc $[t - t_0 \cdot (1 - \beta)]/V$ vs V

Une autre technique de calcul peut être utilisée dans le même but, conduisant évidemment au même résultat :

Soit en effet V_0 le volume de filtrat recueilli au bout du temps t_0 (instant à partir duquel la pression de filtration est stabilisée), valeur aisément mesurable.

$$\text{On a } \int_0^{t_0} \Delta P \cdot dt = \frac{\eta \cdot \bar{\alpha} \cdot W}{\Omega^2} \cdot \int_0^{V_0} V \cdot dV = \frac{\eta \cdot \bar{\alpha} \cdot W}{2 \cdot \Omega^2} \cdot V_0^2$$

$$\text{Par suite } \frac{\eta \cdot \bar{\alpha} \cdot W}{2 \cdot \Omega^2} \cdot V_0^2 + \Delta P_F \cdot (t - t_0) = \frac{\eta \cdot \bar{\alpha} \cdot W}{2 \cdot \Omega^2} \cdot V^2,$$

$$\text{soit } t - t_0 = \frac{\eta \cdot \bar{\alpha} \cdot W}{2 \cdot \Delta P_F \cdot \Omega^2} \cdot (V^2 - V_0^2) = \frac{\eta \cdot \bar{\alpha} \cdot W}{2 \cdot \Delta P_F \cdot \Omega^2} \cdot (V - V_0) \cdot (V + V_0)$$

On obtiendra cette fois la valeur de $\bar{\alpha}$ en mesurant la pente de

$$\frac{t-t_0}{V-V_0} \text{ vs } V + V_0$$

Cette construction revient au même (à une translation près de $2V_0$ parallèlement à l'axe des abscisses) que celle signalée plus haut et qui consistait à porter

$$\frac{t-t_0}{V-V_0} \text{ vs } V - V_0$$

Remarque

Il est évident que des manipulations aussi rapides et qui exigent plusieurs relevés et contrôles simultanés, nécessiteront la présence d'au moins 2 personnes et la dictée des relevés sur magnétophones.

2123 - La cellule de compression-perméabilité

Pour une commodité d'écritures, nous désignerons désormais la cellule de compression-perméabilité par ses initiales C.C.P.

On sait que le but de la C.C.P. est la détermination de la résistance spécifique locale α_z en fonction de la pression appliquée p_g , ce qui permet ensuite, par le biais des équations (23) ou (24), de déterminer la résistance spécifique moyenne $\bar{\alpha}$ du gâteau pour une certaine pression appliquée p_g .

La C.C.P. que nous avons fait réaliser a été conçue suivant les principes indiqués au chapitre précédent.

Les figures 22 et 23 donnent les détails technologiques de réalisation de la cellule et de son piston.

Le cylindre (1) est un bloc de "Plexiglas" alésé à 47 mm et fermé à sa base par une plaque perforée (2) en laiton.

Les perforations sont obtenues en brasant à l'étain sur la rondelle de laiton une grille métallique à mailles carrées de 1 mm et en perçant au travers des orifices de la grille. Après perçage et élimination de la grille, les extrémités supérieures des orifices sont alésées jointives pour donner à la plaque le maximum de surface ouverte.

Cette plaque pourra servir de support à une toile métallique ou à un papier filtre.

Une bague échancrée (6) placée sous la plaque perforée permet, par un branchement sur l'orifice latéral (3), la mesure éventuelle de la pression en ce point.

La pièce de serrage (4) de la plaque perforée peut recevoir en (7) un raccord K.S.A. pour tube plastique.

Un support latéral extérieur permet la fixation et le réglage en hauteur d'un comparateur micrométrique à montre gradué en 1/100 mm et possédant une course de 15 mm.

Le piston creux (7) est réalisé en laiton. Il est fermé à sa base par une plaque perforée (9) identique à la plaque (2) et maintenue en position "à force" par un joint torique en caoutchouc de $\varnothing 1,5$

Ce piston est alimenté en liquide propre (voir figure 24) à partir d'un vase de Mariotte de 20 litres, par l'intermédiaire du raccord (10). La canalisation de liaison, en matière plastique souple, ne modifie sensiblement pas le poids apparent du piston quelle que soit sa position autour d'une position moyenne. Un raccord (11) permet, toujours par l'intermédiaire d'une canalisation souple, l'évacuation de l'air emmagasiné dans le piston et la mesure de la charge d'eau appliquée au gâteau par le manomètre (17).

Le plateau supérieur (12), en alliage léger, servira à recevoir des charges sous forme de plateaux d'acier doux de masse moyenne 4,5 Kg.

Des précautions assez sévères sont prises pour la préparation de l'eau d'alimentation de la C.C.P.

Cette eau est initialement filtrée à 5 microns sur un filtre à cartouches. Elle est ensuite filtrée sur fiole à vide par des membranes "Millipore" de 1,2 microns, puis de 0,45 microns. On est ainsi à peu près assuré que l'eau de perméation ne contiendra plus de particules susceptibles de venir colmater de façon sensible le gâteau et ses supports.

La filtration sous vide a également l'avantage d'assurer un dégazage efficace de l'eau et donc d'éliminer les risques éventuels de désaéragé lors des essais de perméation.

Avant chaque série d'essais, le vase de Mariotte et les fioles à vide sont traités au "DDN 150" bouillant, rincés à l'eau filtrée à 5 microns, puis à l'eau filtrée à 0,45 microns. Les canalisations, la cellule et le piston sont également rincés dans les mêmes conditions.

L'eau de perméation et l'eau de nettoyage du matériel ayant un degré de pureté bien supérieur à celui de l'eau de la ville sont stockés dans un réservoir annexe en présence d'iodure mercurique. On ralentit ainsi, malheureusement sans l'annuler, la prolifération des algues. Avant de servir aux nettoyages ou d'être renvoyée dans le vase de Mariotte cette eau est systématiquement à nouveau filtrée à 0,45 microns.

Ces précautions techniques relativement draconiennes et qui peuvent paraître à priori exagérées compte tenu de la durée de leur mise en oeuvre (la préparation d'une seule série d'essais nécessite de 8 à 10 heures de préparations) nous ont été imposées par l'expérience. Lors d'essais préliminaires avec de l'eau "simplement" filtrée à 5 microns nous avons observé une augmentation progressive de la résistance à l'écoulement du gâteau ainsi qu'un colmatage des papiers supports de gâteau alors que ceux-ci avaient un pouvoir d'arrêt théorique de 5 microns. La prolifération anarchique des algues dans le vase de Mariotte et dans les canalisations en plastique lorsque du liquide clair y stationne plus de 2 jours est également telle que des nettoyages et filtrations continuels couplés à des traitements anti-algues nous ont paru indispensables.

Préparation d'un gâteau

Il s'agit essentiellement d'obtenir un gâteau homogène (même à partir de particules de granulométrie très étalée) et à faces planes et sensiblement parallèles. Ce gâteau doit avoir également ses pores entièrement remplis de liquide.

On commence par peser, au centigramme près pour des masses de quelques grammes à quelques dizaines de grammes, la quantité nécessaire de produit sec.

Les figures 24 et 25 permettent de mieux comprendre la technique adoptée.

On commence par réunir l'orifice de sortie (7) de la C.C.P. non munie de son piston à la partie supérieure d'un vase de Mariotte annexe (13) dont les robinets (14) et (15) sont fermés. Ce vase est tel que la hauteur entre le niveau supérieur de l'eau et la base du tube plongeur est de l'ordre de 15 à 20 cm C.E., c'est-à-dire de 1 à 2 cm de mercure.

On remplit alors le corps de la cellule d'eau filtrée à 0,45 microns et, en ouvrant les robinets (14), (15) et (21) on remplit d'eau le circuit entre la C.C.P. et le vase de Mariotte annexe. On referme ces robinets et on complète le niveau de l'eau dans la C.C.P. pour qu'elle se trouve remplie sensiblement jusqu'au maximum.

On introduit alors dans la C.C.P. un papier filtre "Millipore" de Ø 47 mm et de capacité filtrante ad hoc.

Pour les essais sur kieselguhr SPAM par exemple, nous avons adopté un "Millipore" de 5 microns, l'expérience nous ayant prouvé que son colmatage par les microparticules de la suspension était à peu près négligeable.

Lorsque ce papier s'est naturellement mouillé par capillarité on le dirige doucement vers le fond de la C.C.P. à l'aide d'une baguette à bords arrondis en veillant à ce qu'aucune bulle d'air n'y reste collée.

En ouvrant alors le circuit du vase de Mariotte annexe (13) par les robinets (14) et (15) (le robinet (21) étant fermé), on applique le "Millipore" sur le support (2). Un contrôle visuel permet de s'assurer que son positionnement est correct et qu'aucun pli néfaste ne s'est formé lors de sa mise en place.

En maintenant les robinets (14) et (15) ouverts on verse alors dans la C.C.P. le produit préalablement pesé et que l'on vient de mettre en suspension dans de l'eau filtrée.

La dépression de 1 à 2 cm de mercure fournie par le vase de Mariotte annexe assure une formation régulière du gâteau avec un effet minimal de la sédimentation. La dépression ainsi créée peut cependant être considérée comme suffisamment faible pour ne pas tasser à priori le gâteau.

Par rinçage à la "pissette", on récupère soigneusement les particules pouvant rester dans le vase ayant contenu la suspension initiale, on rince également les parois de la C.C.P., mais avec assez de douceur pour ne pas perturber la surface du gâteau en cours de formation et on continue à rajouter de l'eau filtrée jusqu'à ce que la C.C.P. soit sensiblement remplie. On place alors à la surface de l'eau un second "Millipore" identique au premier et on rajoute de l'eau filtrée pour bien le mouiller. L'expérience prouve que ce second papier descend en général très horizontalement en faisant office de segment râcleur, c'est-à-dire en récupérant au passage les particules qui auraient pu rester collées aux parois. On continue à rajouter de l'eau filtrée au liquide clair qui surmonte ce "Millipore" et, lorsqu'il est venu en contact avec le gâteau, on ferme les orifices (14) et (15) du vase de Mariotte annexe. On parait enfin doucement le remplissage de la C.C.P. jusqu'à son maximum.

Il est alors possible de contrôler, grâce à un cathétomètre, l'épaisseur du gâteau formé sous charge sensiblement nulle. Nous verrons, au paragraphe suivant ce que l'on peut penser de la précision de ces mesures de hauteur.

Le gâteau étant formé et la C.C.P. remplie d'eau claire, on vient mettre en place le piston en glissant horizontalement la plaque poreuse inférieure pour qu'aucune bulle d'air n'y reste coincée.

Sous son poids propre le piston ne descend que très lentement : le seul écoulement, lorsque les robinets (11) et (16) sont fermés, se produit en effet par le jeu annulaire entre piston et C.C.P. Ces fuites éventuelles sont récupérées dans la gorge supérieure, en communication avec l'orifice (5). Dans ces conditions la descente, douce et régulière, demande plus d'une heure.

Il est alors préférable, en maintenant le piston en place pour bloquer sa descente, d'ouvrir d'abord le robinet (16), ce qui permet le remplissage du piston et des canalisations entre le vase de Mariotte principal et la C.C.P. On ferme alors (16) et on ouvre par à-coups le robinet (11) tout en libérant partiellement le piston. Sa descente relativement brutale se traduit par l'évacuation par (11) du reste de l'air emmagasiné dans le piston. Lorsque le piston n'est plus qu'à quelques millimètres du gâteau on l'arrête, on ouvre en grand les robinets (11) et (16) et on le laisse descendre très doucement jusqu'à équilibre apparent.

Poids apparent du piston

Si on pèse le piston vide sur une balance, en présence des tubes plastiques de liaisons, on trouve, suivant la position de ces tubes plastiques, 1970 ± 20 grammes environ.

Mais il est évident que, une fois en place dans le corps de la C.C.P. le piston va se trouver soumis, d'une part à une certaine poussée d'Archimède, d'autre part à des frottements contre les parois. Il va donc en résulter un poids apparent inférieur au poids de 1970 grammes.

Pour le vérifier, nous avons installé une balance au-dessus de la C.C.P. et nous y avons suspendu le piston, en position normale "de travail", rempli d'eau. Dans ces conditions, les charges indiquées par la balance varient entre 1500 et 1660 gr pour 15 essais consécutifs. Nous pensons cependant que le système de fixation du piston sous la balance peut ajouter une composante latérale au seul effet de la pesanteur, c'est-à-dire que les valeurs obtenues le sont plutôt par défaut. Nous avons finalement adopté comme valeur moyenne 1600 grammes.

En rajoutant au piston disposé sous la balance les disques de charge en acier, on peut constater que, aux erreurs de mesures près, ces disques interviennent par leur véritable poids propre. Nous avons vérifié que la poussée ascendante exercée par le palpeur du micromètre sur le piston avait un effet négligeable.

Epaisseurs des gâteaux

L'épaisseur du gâteau pour chacune des charges peut être déterminée soit à l'aide d'un comparateur micrométrique à montre, fixé au corps de la C.C.P., soit à l'aide d'un cathétomètre extérieur. L'un et l'autre donnent théoriquement une précision de 1/100 mm. Ces précisions sont cependant assez illusoires.

Le grandissement optique de la lunette du cathétomètre ne permet pas en effet de déceler avec sûreté l'épaisseur des papiers "Millipore" dont la couleur blanche se confond aisément avec le Kiesselguhr SPAM. L'épaisseur de ces

papiers est cependant de 15/100 mm. L'épaisseur du gâteau étant mesurée par différences, nous considérerons que son épaisseur est pratiquement définie à $\pm 2/10$ mm, ce qui est acceptable compte tenu de la planéité imparfaite du lit.

Les mesures au comparateur micrométrique sont également sujettes à caution malgré la précision qui est théoriquement de 1/100 mm et qui par interpolation devrait permettre d'atteindre environ 2 microns. Mais il est nécessaire d'une part de positionner parfaitement et toujours de la même façon le plateau (12) par rapport au micromètre et d'autre part d'étalonner l'appareil sans gâteau ni papiers pour tenir compte de l'écrasement de l'ensemble sous l'action des charges.

Or, une irreproductibilité, pouvant aller jusqu'à plusieurs 1/10 de mm a pu être constatée dans certains cas. Elle peut sans doute être imputée au positionnement mal défini de la plaque poreuse (9) de la base du piston : étant montée "à force" par l'intermédiaire d'un jonc de caoutchouc cette plaque va présenter plus ou moins de souplesse et ne pourra pas assurer une reproductibilité, même grossière, de sa position, donc des indications du micromètre lorsque les plaques (9) et (2) viennent en contact.

Des valeurs assez précises des épaisseurs ont cependant pu être obtenues dans certains cas particuliers et comme moyennes d'un grand nombre de mesures.

Mesures de débits

Le piston étant en place sur le gâteau, on débranche en (7) la tuyauterie reliant la C.C.P. au vase de Mariotte annexe et on démonte le raccord (3) pour s'assurer que toute l'eau contenue sous la plaque poreuse inférieure est bien éliminée, c'est-à-dire pour être assuré que la pression atmosphérique règne bien sous cette plaque.

On attend que la pression de régime soit bien établie au vase de Mariotte principal et on peut alors commencer les mesures en contrôlant au cathétomètre la charge d'eau donnée par le manomètre (17) et la hauteur du gâteau.

Les mesures de débits sont faites par pesées de 100 g d'eau minimum. Les mesures sont poursuivies jusqu'à ce que les débits soient équilibrés à mieux que 1 % pour 3 mesures successives, ce qui demande en général de 10 à 20 minutes, parfois plus. Si le débit varie de façon sensible du début à la fin de l'essai, on effectue également plusieurs contrôles, au cathétomètre, de la variation d'épaisseur du gâteau.

Remarque

Un montage un peu différent, schématisé en pointillé sur la figure 24 a également été parfois utilisé. Dans ce cas l'orifice inférieur (3) de la C.C.P. est relié en permanence à un tube manométrique (18). L'orifice (7) est relié, par un robinet de réglage à pointeau (19) à un déversoir (20) venant débiter sur une balance.

L'essai se fera alors en remplissant totalement d'eau l'ensemble de l'appareil, en réglant la perte de charge au travers du gâteau par (19) et en la mesurant par différence entre les niveaux des tubes (17) et (18).

Cette technique est surtout intéressante lorsque l'on a affaire à des gâteaux fibreux très perméables qui nécessiteraient, pour avoir une précision acceptable dans les mesures de débits, si on voulait adopter la technique à écoulement libre évoquée plus haut, de descendre la base du tube plongeur du vase de Mariotte (c'est-à-dire de descendre le vase de Mariotte) bien en dessous du niveau de l'arrivée (10) dans le piston. Cette méthode, bien qu'utilisable est cependant assez délicate et le passage par l'intermédiaire du robinet de réglage (19) lui est à notre avis préférable.

22 - LES ESSAIS SUR KIESELGUHR PUR

221 - BUT RECHERCHE

Nous souhaitions pouvoir tester un même matériau sur les trois types d'appareils précédemment cités : le filtre-presse, la cellule de filtration et la cellule de compression-perméabilité (C.C.P.), afin de comparer les trois séries de résultats, de contrôler la validité des lois d'extrapolation ou de donner les explications aux éventuelles divergences.

Des impératifs matériels limitent cependant fortement cette étude. Les essais sur C.C.P. ne posent pratiquement pas de problème de matériaux. Il est en effet possible sur cet appareil, en modifiant la charge de liquide, la hauteur du vase de Mariotte d'alimentation ou la position du déversoir, de tester des matériaux de perméabilités très étendues.

Le problème est plus complexe pour réussir à confronter les essais sur filtre presse et sur cellule filtrante. La cellule a en effet une surface filtrante de 20 cm², le vase d'alimentation ayant une capacité de 35 litres, tandis que le filtre-presse, normalement prévu pour une surface filtrante de $6 \times 260 = 1560$ cm², peut à la limite, en masquant la surface d'un des plateaux par une feuille de plastique, être muni d'une seule surface filtrante de 260 cm², qui reste cependant 13 fois plus grande que celle de la cellule. D'autre part, la cuve d'alimentation du filtre-presse et le système d'agitation sont tels qu'un volume minimal de suspension de 80 litres est nécessaire pour un seul essai portant sur 20 litres de filtrat.

Compte-tenu des teneurs habituelles des suspensions en matières solides (de quelques grammes à quelques dizaines de grammes par litre), nous avons donc été amenés à chercher des matériaux de perméabilités moyennes, tels que le débit sur filtre-presse ne soit pas trop important, mais reste cependant suffisant sur cellule pour que les phénomènes de sédimentation soient négligeables. Ces matériaux devaient également être disponibles en quantités, relativement importantes et à des prix acceptables.

Les fibres de nylon donnent naissance à des gâteaux beaucoup trop perméables pour pouvoir les passer sur filtre-presse. Quant aux microbilles de polystyrène sulfoné en surface, qui seraient le matériau idéal pour ces études, il est déjà difficile d'en obtenir des lots de quelques centaines de grammes que l'on puisse tester sur cellule.

Malgré les difficultés de définitions précises de leurs caractéristiques filtrantes (nous aurons l'occasion de revenir plus loin sur ce problème), notre choix s'est finalement orienté vers les kieselguhrs et plus particulièrement sur la qualité "calcinée - raffinée" S.P.A.M. qui permet, dans des conditions peut-être extrêmes mais acceptables, les essais sur les trois types d'appareils.

222 - ESSAIS SUR C.C.P.

2221 - Méthodes classiques

La méthode de mesure habituellement utilisée lors des essais sur C.C.P., que nous avons évoquée au chapitre précédent, se décompose en 2 opérations :

1° - mesure de la résistance globale à l'écoulement de l'ensemble gâteau + supports et papiers protecteurs et ceci pour des charges appliquées d'intensités croissantes.

2° - mesure de la résistance "à blanc" des seuls supports et papiers, toujours en fonction des diverses charges appliquées.

Par différence, on obtient la résistance du gâteau seul.

Par ailleurs, TILLER et ses collaborateurs [37] [78] ainsi que SHIRATO et ses collaborateurs [59] [62] [64] ont montré l'importance des frottements du gâteau contre les parois de la cellule : les forces de pression p_g créées par le piston à la surface du gâteau sont partiellement et progressivement absorbées par les frottements, si bien que la pression p_g peut rarement être considérée comme uniforme sur toute la hauteur du gâteau.

Il est alors recommandé, ou bien de déterminer, par l'intermédiaire de capteurs, la pression transmise par le gâteau à la base de la C.C.P., ou bien de faire des séries d'essais avec un même matériau mais diverses épaisseurs de gâteau pour en déduire, par des méthodes d'optimisation, le coefficient de frottement interne du gâteau, son coefficient de frottement à la paroi et sa force d'adhérence à la paroi. On en déduira alors la pression moyenne appliquée au gâteau.

On peut également se contenter d'utiliser une cellule de grand diamètre et un gâteau de faible épaisseur pour que la surface de contact gâteau-cellule soit suffisamment faible pour entraîner des forces parasites négligeables.

2222 - Critique de ces méthodes

La mesure de la résistance "à blanc" est en fait délicate et peut être sujette à caution .

Dans le cas des kieselguhrs par exemple, dont la répartition granulométrique est assez étendue, il sera nécessaire d'utiliser des papiers protecteurs d'assez grande finesse pour ne pas laisser passer les fines particules ni même se laisser pénétrer par elles de façon sensible. Ce papier aura donc obligatoirement une assez grande résistance et qui pourra être pratiquement du même ordre de grandeur que celle du gâteau.

Une détermination précise de la résistance du gâteau seul nécessitera donc une détermination très précise de la résistance à blanc, et ceci dans les conditions d'utilisation.

Or, les essais à blanc se font obligatoirement sur des papiers vierges. Si, en présence du gâteau, un colmatage léger des papiers se manifeste, il sera impossible d'en tenir compte par les essais à blanc.

D'autre part, lors de l'essai avec gâteau, la relative souplesse de celui-ci plaque parfaitement les papiers contre les supports, même si ceux-ci ne sont pas parfaitement plans ni parallèles. Par contre, lors des essais à blanc, le moindre défaut de planéité ou de parallélisme des supports entraîne une compression non uniforme des papiers, donc des résultats erronés.

Nous avons pu contrôler l'existence de telles anomalies lors de nombreuses tentatives de mesures des résistances à blanc. Le support (plaque perforée) placé à la base du piston y est monté "à force" par l'intermédiaire d'un jonc en caoutchouc, si bien que son parallélisme par rapport au support inférieur ne peut être ni parfait ni reproductible. Dans ces conditions les valeurs de la résistance à blanc mesurées n'avaient aucun sens.

Pour pouvoir négliger les forces de frottement du gâteau contre les parois, il est généralement conseillé de former des gâteaux très minces. Mais il est alors évident que le moindre défaut d'homogénéité ou de constance de l'épaisseur du gâteau aura une importante répercussion sur les conditions de l'écoulement, c'est-à-dire sur la résistance.

2223 - Technique utilisée et résultats

Le but de notre méthode est, accessoirement de mesurer la résistance effective des papiers "Millipore" dans les conditions normales d'utilisation sur C.C.P. en présence du gâteau, et surtout de déterminer la résistance du gâteau seul, avec frottement nul contre les parois.

Pour ce faire nous avons effectué des séries d'essais avec des masses décroissantes de gâteau : 30 - 25 - 20 - 15 - 10 - 5 grammes, auxquelles correspondent des hauteurs moyennes d'environ 44 - 37 - 29 - 22 - 15 - 7 mm, c'est à dire des rapports épaisseur/diamètre de 0,93 - 0,79 - 0,62 - 0,47 - 0,32 - 0,15.

Les résultats sont traduits sur la figure 26. Pour une raison inconnue (peut être un blocage partiel du piston par des particules de kieselguhr) les mesures pour $M = 20$ g sont visiblement fausses.

Mis à part cet incident, l'excellente précision des mesures nous permet l'extrapolation ou l'intrapolation des résultats, en particulier jusqu'à $p_g = 0$.

En coupant ensuite les courbes de la figures 26 par les verticales passant par les points d'abscisses (0,2 - 0,4 - 0,6 - 0,8 - 1,0 - 1,2 - 1,4 - 1,6) 10^6 baryes, on peut tracer la figure 27 qui donne R_T vs M .

En extrapolant ces courbes jusqu'à $M = 0$, on en déduit la résistance à blanc R_B des supports et papiers. Cette extrapolation a pratiquement été faite à partir du tracé de la figure 27 à très grande échelle. Les valeurs de R_B vs p_g ont été reportées sur la figure 26.

La résistance à blanc pour $p_g = 0$ vaut ainsi $R_B = 2,2 \cdot 10^7 \text{ cm}^{-1}$. Les supports (plaques perforées) ayant une résistance que l'on peut raisonnablement considérer comme négligeables, on en déduit que la résistance d'un papier "Millipore" de 5 microns est de $1,1 \cdot 10^7 \text{ cm}^{-1}$, ce qui est très exactement

la valeur indiquée par le fournisseur. Ce dernier considère par contre que la résistance de ce papier reste identique quelle que soit la pression appliquée jusqu'à des valeurs de l'ordre de 13 bars, ce qui nous semble assez peu probable.

Le tracé à grande échelle de la figure 27 nous permet, en lissant les courbes, de tracer la figure 28 qui est l'analogue de la 26, mais avec une précision accrue due au lissage. Nous y avons également reporté ce qui aurait dû être la courbe correspondant à 20 grammes. Les décalages entre les autres courbes des figures 26 et 28 sont pratiquement très réduits : le plus grand écart correspond aux valeurs élevées de p_g pour la courbe $M = 15$ g et est inférieur à 3 %.

En faisant, sur les courbes de la figure 28, les différences $R_T - R_B$ on en déduit la résistance R_Z du gâteau seul en fonction de p_g .

Sachant par ailleurs que la résistance R_Z et la résistance spécifique α_Z sont liées par $R_Z = \alpha_Z \cdot \frac{M}{\Omega}$ on en déduit les courbes α_Z vs p_g de la figure 29.

On peut y noter la nette influence des frottements contre les parois. Il suffit alors de refaire le même tracé que précédemment, c'est-à-dire de couper le réseau des courbes de la figure 29 par diverses parallèles à l'axe des ordonnées pour en déduire le réseau de courbes de la figure 30 dont l'extrapolation à $M = 0$ donne finalement α_Z vs p_g (figure 31).

Remarque

Il est évident que la technique utilisée est relativement lourde et demande beaucoup de soins dans les mesures et les constructions graphiques.

Mais il faut noter que le kieselguhr est un matériau très peu compressible, puisqu'un accroissement de pression dans le rapport 10 (de 0,16 à 1,6 bar) entraîne une augmentation de résistance spécifique inférieure à 10 %.

D'autre part, pour des raisons exposées plus haut, le papier "Millipore" utilisé avait une résistance relativement importante vis à vis de la résistance totale, ce qui rend délicate la mesure de $R_Z = R_T - R_B$.

Il est certain que des mesures sur des matériaux plus compressibles et avec des papiers moins résistants permettraient un travail plus rapide.

Il reste alors à effectuer le calcul ^{de} $\bar{\alpha}$ limite, donné par l'équation (24)

$$\bar{\alpha} = \frac{\Delta P}{\int_0^{\Delta P} \frac{d\Gamma_g}{\alpha_Z}}$$

Pour ce faire, on trace (fig. 32) la courbe $1/\alpha_Z$ vs p_g et on en effectue une intégration graphique pour diverses valeurs de $p_g = \Delta P$. Compté tenu des faibles courbures du graphique de la figure 32, nous avons utilisé la méthode des trapèzes avec un pas constant de $0,2 \cdot 10^6$ baryes.

Les résultats sont traduits sur la figure 33.

On peut noter que, entre $0,4.10^6$ et $1,6.10^6$ baryes, $\bar{\alpha}$ peut être approximativement représenté par : $\bar{\alpha} = 0,9.10^8 . \Delta P^{0,023}$ (avec $\bar{\alpha}$ en cm/g et ΔP en baryes).

Comme on pouvait le prévoir, le coefficient de compressibilité est donc très faible.

2224 - Mesures des porosités

La porosité ϵ_z sera donné en fonction de l'épaisseur Z du gâteau par $M = \Omega'.Z.(1-\epsilon_z).\rho_s$.

La porosité des kieselguhrs varie relativement peu avec la pression. Nous avons signalé précédemment que les mesure de Z , soit au cathétomètre, soit au micromètre, étaient d'une précision assez douteuse. Les résultats suivants ne sont donc pas donnés avec autant de précision que les mesures de résistance spécifique.

Les mesures ont été faites au micromètre sur des gâteaux de 10 g, 5 g et 2,5 g. Le micromètre ayant une course maximale de 16 mm, nous nous sommes limités à l'examen des gâteaux de 10 g dont l'épaisseur est très proche de cette valeur maximale de 16 mm.

Il est nécessaire, avant d'effectuer les mesures sur gâteau, de positionner le micromètre près de sa "compression" maximale avec simplement deux papiers dans la C.C.P. En faisant s'écouler de l'eau à travers l'appareil et en appliquant au piston ses charges successives, on note un certain écrasement des papiers (d'une reproductibilité douteuse en pratique comme nous l'avons indiqué plus haut, mais d'une répercussion réduite sur les mesures de variation d'épaisseur du gâteau) ainsi qu'un tassement de toute la C.C.P., qui peut atteindre 1 mm.

Un positionnement angulaire strictement constant du plateau supérieur du piston par rapport au palpeur du micromètre est évidemment adopté pour toutes les mesures.

Les résultats sont rassemblés dans le tableau ci-après la ligne 1 donnant les indications du micromètre en mm avec papiers seuls (origine arbitraire), les lignes 2,5 - 5 et 10, ces indications en présence de gâteaux de 2,5 - 5 et 10 g. Z est la hauteur correspondante du gâteau en mm et ϵ_z la porosité.

$p_g \times 10^6$ (baryes)	0,116	0,367	0,612	0,867	1,118	1,368	1,623
1	15,11	15,30	15,45	15,70	15,82	15,91	15,93
2,5	11,67	11,97	12,19	12,34	12,52	12,69	12,83
Z(2,5)	3,44	3,33	3,26	3,36	3,30	3,22	3,10
$\epsilon_z(2,5)$	0,818	0,812	0,808	0,814	0,810	0,806	0,798
5	8,16	8,52	8,77	8,98	9,18	9,37	9,55
Z(5)	6,95	6,78	6,68	6,72	6,64	6,54	6,38
$\epsilon_z(5)$	0,820	0,815	0,813	0,814	0,812	0,805	0,804
10	0,08	0,64	1,08	1,43	1,77	2,09	2,40
Z(10)	15,03	14,66	14,37	14,27	14,05	13,82	13,53
$\epsilon_z(10)$	0,834	0,829	0,826	0,825	0,822	0,819	0,815

Ces résultats sont traduits sur la figure 34. Les repères noircis correspondent à d'autres essais sur des gâteaux de 10 et 5 g. La précision est acceptable, sauf pour les faibles valeurs de M.

Il est probable que la dispersion des résultats provient des mesures de Z : les valeurs indiquées sur le tableau sont en effet des valeurs lues à l'équilibre, ce dernier pouvant aussi bien être atteint en quelques minutes que ne pas être encore atteint en plusieurs heures ou une journée. La plus ou moins grande douceur avec laquelle les charges sont successivement déposées les unes sur les autres peut également créer de brusques tassements de quelques centièmes de millimètres.

Malgré ces imprécisions, on peut noter, qualitativement, l'influence de la masse du gâteau, c'est-à-dire des frottements contre les parois.

Une étude plus sérieuse de ces problèmes de porosités nécessiterait, comme nous l'avons fait pour la résistance à l'écoulement, le tracé précis de plusieurs courbes ϵ_z vs p_g pour diverses valeurs de M. Par extrapolation, on pourrait encore en déduire les valeurs limites de la porosité, lorsque les frottements contre les parois s'annulent.

Dans le cas présent, l'examen de la figure 34 permet cependant d'estimer raisonnablement que cette courbe limite aurait, très approximativement, l'allure tracée en pointillés, c'est-à-dire que la porosité du gâteau serait d'environ $0,805 \pm 0,010$.

2225 - Conclusion de ces essais

- Nous avons mis au point une méthode expérimentale satisfaisante qui nous permet d'éliminer les aléas des déterminations de frottements du gâteau contre les parois de la C.C.P.

- Nous en déduisons accessoirement une mesure de la résistance à blanc sous pression nulle des papiers "Millipore" utilisés, qui est en bon accord avec la valeur indiquée par le constructeur.

- Le kieselguhr SPAM testé est très peu compressible puisque son coefficient de compressibilité est d'environ 0,023.

- Cette faible compressibilité est confirmée par les variations très réduites de la porosité qui, pour des pressions croissant dans le rapport de 1 à 10 passe seulement de 0,82 à 0,80.

223 - ESSAIS SUR CELLULE DE FILTRATION

Avant d'exposer les résultats des mesures de filtration sur cellule, il est nécessaire d'évoquer les problèmes liés à l'influence de la sédimentation et du liquide clair initialement contenu dans la cellule, sur les résultats des essais.

2231 - Influence de la sédimentation dans la cellule

Une étude plus approfondie de l'influence de la sédimentation sur les résultats d'essais est reportée en annexe 1 ; nous résumerons simplement ci-dessous une des conclusions essentielles correspondantes.

Lorsque l'on filtre sur surface horizontale, en écoulement descendant, une suspension formée de particules dont la vitesse de Stokes n'est pas négligeable vis à vis de la vitesse de filtration, et si de plus l'alimentation de la cellule se fait par une canalisation de diamètre inférieur à celui de la cellule, l'analyse mathématique des phénomènes conduit, dans le cas idéal de la filtration avec gâteau incompressible, à une équation plus complexe que l'équation classique.

Il est cependant logique de penser que, au début de l'essai, quand les vitesses d'écoulement sont relativement grandes, l'effet de la sédimentation est négligeable, c'est-à-dire que la filtration va suivre approximativement la loi parabolique classique : le tracé de t/V vs V sera donc alors une droite dont la pente permettra d'atteindre la résistance spécifique moyenne $\bar{\alpha}$.

Au bout d'un certain temps, la sédimentation se manifeste effectivement et il se dépose une masse de gâteau supérieure à ce que l'on aurait sans sédimentation : les $\bar{\alpha}$ apparents seront donc supérieurs aux valeurs déduites de la pente de la droite initiale. On observera, au-delà de la droite initiale, une courbe complexe mais que l'on peut, dans certaines conditions, assimiler à une droite de pente supérieure à la première.

2232 - Influence du mode de remplissage du ballon

Cependant, sur notre cellule de filtration, un fait particulier vient compliquer le phénomène. En effet, d'après le principe même de remplissage du ballon et de fluidisation du gâteau après chaque essai, *la cellule est initialement remplie d'eau claire* ; la présence de cette eau est né-

céssaire pour éviter d'éventuelles dissolutions d'air dans la suspension et surtout pour éviter l'introduction d'air dans les tubes de mesure de la perte de charge.

Il s'en suit que, au départ d'un essai, la suspension commence par se mélanger à l'eau claire de la cellule, et sa teneur en matières solides va donc croître de 0 jusqu'à la valeur imposée.

Nous ne connaissons pas la loi de variation de cette teneur. Deux cas limites peuvent cependant être envisagés.

22321 - Hypothèse de l'écoulement piston

Dans un premier cas, on peut imaginer *un écoulement piston de la suspension* qui refoulerait donc devant elle le liquide clair de la cellule.

La connaissance de la résistance du support (approximativement mesurée en fin de fluidisation des gâteaux ou lors des remplissages du ballon) permet de prévoir les courbes de filtration correspondantes. En supposant que la pression de filtration ΔP est établie dès le temps 0, on observera initialement un écoulement de liquide clair conformément à la loi de Darcy.

$$\frac{dV}{dt} = \frac{V}{t} = \frac{\Omega \cdot \Delta P}{\eta \cdot R_s}$$

Cet écoulement se poursuit jusqu'à l'obtention d'un volume de "filtrat" V_0 égal au volume de la cellule (soit ici 400 cm³), le temps correspondant étant $t_0 = \frac{\eta \cdot R_s}{\Delta P \cdot \Omega}$ que nous écrirons $t_0 = b \cdot V_0$.

Lorsque tout le liquide clair a été chassé par l'écoulement piston, la suspension arrive au contact du support et la filtration proprement dite commence avec la loi parabolique classique temps vs volume, la pente initiale étant donnée par la loi de Darcy.

Les temps t' et volumes V' pris à partir de cet instant obéiront donc à

$$t' = \frac{\eta \cdot \alpha \cdot W}{2 \cdot \Delta P \cdot \Omega^2} \cdot V'^2 + \frac{\eta \cdot R_s}{\Delta P \cdot \Omega} \cdot V', \text{ de la forme } t' = aV'^2 + bV'$$

$$\text{Or } t = t' + t_0 \text{ et } V = V' + V_0$$

$$\text{soit } t - t_0 = a.(V - V_0)^2 + b.(V - V_0)$$

En développant et en notant que $t_0 = b \cdot V_0$, on obtient

$$\frac{t}{V} = a \cdot V + b - 2 \cdot a \cdot V_0 + \frac{a \cdot V_0^2}{V}$$

La représentation de t/V vs V n'est donc plus linéaire, en raison de l'existence du terme $a \cdot V_0^2/V$.

Pour contrôler l'écart entre la courbe donnée par l'équation ci-dessus et la droite théorique $t/V = a \cdot V + b$, nous nous sommes fixés des don-

nées correspondant sensiblement à un essai réel :

$$\alpha = 10^8 \text{ cm/g} - \Omega = 20 \text{ cm}^2 - \Delta P = 5.10^5 \text{ baryes} - \eta = 10^{-2} \text{ poises}$$

$$W = 5.10^{-3} \text{ g/cm}^3 - R_s = 4.10^6 \text{ cm}^{-1}$$

On a alors $t_0 = 1,6 \text{ s}$ et $\frac{t}{V} = 12,5.10^{-6}V^2 + 2.10^{-3} + \frac{2}{V}$, qui est représentée sur la figure 35, ainsi que la droite $t/V = a.V + b$.

On remarque que, au-delà de $V = 10^3 \text{ cm}^3$ environ les points figuratifs sont à peu près parfaitement alignés sur une droite dont la pente est égale (à mieux de 0,5 % près) à la valeur théorique a .

Dans un essai réel, les premiers points ne seraient pratiquement pas mesurés et le tracé de t/V vs V (sans corrections) donnerait une ordonnée à l'origine inférieure à b et même, comme dans le cas de la figure 35, négative.

Si on effectue par contre un changement d'origine en traçant $\frac{t-t_0}{V-V_0}$ vs $V-V_0$, on retrouve une droite dont la pente est toujours a et dont l'ordonnée à l'origine est effectivement b .

22322 - Hypothèse du mélangeage parfait

Un simple examen de l'écoulement de la suspension dans la cellule, au début d'un essai, montre que l'écoulement piston n'est en rien réalisé. La suspension est immédiatement violemment projetée dans la cellule et s'y mélange au liquide clair à peu près instantanément.

Le second cas limite que l'on peut imaginer est alors l'analogie d'un récipient parfaitement agité ; si on admet cette analogie, on peut dire que le terme W qui suit approximativement la même loi que la teneur s de la suspension en matières solides) pourra s'écrire

$$W = W_0.(1 - e^{-V/V_0})$$

W_0 étant la valeur limite de W .

Le régime stationnaire sera alors sensiblement établi (à mieux de 0,7 % près) lorsque la cellule aura été balayée par environ 5 fois son volume de suspension, c'est-à-dire, dans notre cas, lorsque 2 litres de filtrat environ se seront écoulés.

La loi établie lors de la filtration avec écoulement piston initial doit alors être retouchée et, si on désigne par t' et V' le temps et le volume limite (au-delà desquels on peut admettre que la suspension possède sa teneur limite homogène) on aboutit à

$$\frac{t}{V} = a.V + b - 2.a.V' + \frac{a.V'^2 - b.V' + t'}{V}$$

Malheureusement V' et t' sont inconnus. Cependant, si on admet la loi de variation de W indiquée ci-dessus, l'équation différentielle de base de la filtration pourra s'écrire

$$\frac{1}{\Omega} \cdot \frac{dV}{dt} = \frac{\Omega \cdot dp_{\ell}}{\eta \cdot \alpha \cdot W_0 \cdot (1 - e^{-V/V_0}) \cdot dV}$$

A un instant donné $dV/dt = \text{constante}$ et on a

$$dp_{\ell} = \frac{\eta \cdot \alpha \cdot W_0}{\Omega^2} \cdot \frac{dV}{dt} \cdot (1 - e^{-V/V_0}) \cdot dV$$

Soit

$$p_1 - p_2 = \frac{\eta \cdot \alpha \cdot W_0}{\Omega^2} \cdot \frac{dV}{dt} \cdot [V - V_0 (1 - e^{-V/V_0})]$$

Sachant que

$$\Delta P = (p_1 - p_2) + (p_2 - p_0), \text{ avec } p_2 - p_0 = \frac{\eta \cdot R_s}{\Omega} \cdot \frac{dV}{dt} \text{ on a :}$$

$$dt = \frac{\eta \cdot \alpha \cdot W_0}{\Delta P \cdot \Omega^2} \cdot [V \cdot dV - V_0 (1 - e^{-V/V_0}) \cdot dV] + \frac{\eta \cdot R_s}{\Delta P \cdot \Omega} \cdot dV$$

Soit

$$t = \frac{\eta \cdot \alpha \cdot W_0}{\Delta P \cdot \Omega^2} \cdot \left[\frac{V^2}{2} - V_0 \cdot V + V_0^2 - V_0^2 \cdot e^{-V/V_0} \right] + \frac{\eta \cdot R_s}{\Delta P \cdot \Omega} \cdot V$$

que l'on peut aussi écrire, en utilisant les notations a et b précédentes :

$$\frac{t}{V} = a \cdot V + b - 2 \cdot a \cdot V_0 + 2 \cdot a \cdot V_0^2 \frac{(1 - e^{-V/V_0})}{V}$$

La représentation graphique en est donnée sur la figure 36.

Comme dans le cas de l'écoulement piston, on constate un décalage entre la courbe et la représentation idéale $a \cdot V + b$, mais ici encore la linéarité est pratiquement très vite atteinte et les pentes sont sensiblement identiques.

Ces deux types d'écoulement peuvent, dans une certaine mesure, être considérés comme des cas extrêmes. Si l'écoulement initial était très lent, on pourrait cependant penser avoir affaire à une valeur limite du volume balayé supérieur à $5V_0$, mais l'agitation intense régnant dans la cellule lors des premiers instants nous laisse supposer que nous nous trouvons plutôt dans un cas intermédiaire entre l'écoulement piston (V_0) et le réacteur agité ($5V_0$). Nous verrons plus loin que l'expérience semble confirmer cette hypothèse.

2233 - Influence de la sédimentation dans le tube d'alimentation

Ce raisonnement ne peut cependant être considéré que comme approximatif. En effet, la liaison entre le ballon où est agitée la suspension et la cellule s'effectue par une canalisation en "Pyrex" de $\varnothing 25$, suivie d'un robinet à tournant sphérique de passage 20. Le volume existant entre le tournant du robinet et la surface interne sphérique du ballon est de l'ordre de 50 cm^3 , l'agitation ne se faisant visiblement sentir que dans les couches supérieures de ce volume.

Dès lors, si le temps entre deux essais successifs dépasse quelques minutes (et ce temps est parfois de plusieurs heures), des particules vont venir se déposer à la base de ce volume mort ; à l'ouverture du robinet à tournant un "gâteau" d'un volume global pouvant atteindre 20 cm^3 (donc d'une masse de l'ordre de 5 à 10 g) va être projeté dans la cellule. La filtration va ainsi

débuter avec une suspension de teneur s en matières solides nulle (liquide clair de la cellule), croissant ensuite très rapidement jusqu'à des valeurs inconnues mais qui peuvent être de 3 à 5 fois la valeur imposée, pour redescendre ensuite à la valeur imposée.

Il ne semble pas que ce résultat fausse de façon sensible les mesures de V vs t ; par contre, les valeurs de la hauteur Z du gâteau (donc de la porosité) seront fortement entâchées d'erreurs.

Nous avons pu minimiser cet effet, mais sans pouvoir l'annuler ni même le rendre bien reproductible, en terminant le remplissage de l'appareil en eau claire juste avant chaque essai et non à la fin de l'essai précédent. Cependant, après ce temps de remplissage, il existe un temps de mise en pression variable avec les essais et pendant lequel le phénomène se manifeste à nouveau.

Mais la sédimentation vient encore compliquer le problème. Nous avons en effet signalé que, dans le cas d'une suspension homogène, lorsque la vitesse de filtration devient suffisamment faible, l'effet de la sédimentation commence à se faire sentir. Au lieu de l'allure purement linéaire du tracé t/V vs V , on obtient alors une première droite suivie d'une courbe que l'on peut souvent assimiler également à une droite, mais dont la pente n'a aucune relation évidente avec les lois classiques de la filtration et de la sédimentation.

2234 - Résultats expérimentaux

La figure 37 traduit ces phénomènes réels (dilution initiale + sédimentation finale) lors d'un essai sur une suspension de kieselguhr dans de l'eau à 20°C, filtrée sous une pression de $0,148.10^6$ baryes.

La résistance initiale, mesurée lors d'une fluidisation du gâteau, a été trouvée de $1,15.10^6 \text{ cm}^{-1}$, ce qui correspond à la résistance d'un gâteau de 0,2 mm d'épaisseur environ. L'ordonnée à l'origine, donnée par $\eta.R_s/\Delta P.\Omega$, vaut $0,0039 \text{ s/cm}^3$. On observe sur le graphique une première courbe, correspondant à la croissance de la teneur de la suspension en matières solides dans la cellule, la limite semblant atteinte vers 0,8 à 1 litre, c'est-à-dire 2 à 2,5 V_0 . Au-delà, on constate une variation linéaire de t/V vs V qui se prolonge jusqu'à 3 à 3,5 litres. La pente de cette droite est de $4,71.10^{-5} \text{ s/cm}^6$. La résistance spécifique moyenne correspondante sera donnée par

$$\bar{\alpha} = \frac{2.\Delta P.\Omega^2}{\eta.W} \times \text{pente, soit ici } 1,223.10^8 \text{ cm/g}$$

La vitesse en fût vide du filtrat est alors de 0,2 cm/s environ et la sédimentation commence à se manifester. Les points figuratifs suivants se placent sensiblement sur une nouvelle droite de pente supérieure à la première.

Des essais analogues sur le même matériau ont été poursuivis sous des pressions de filtration allant jusqu'à 1 m de mercure environ (le manomètre différentiel utilisé était un manomètre mercure-eau). Les résultats correspondants, traduits en t/V vs V , sont reproduits sur les figures 38 et 39.

Les pentes de la première partie linéaire de ces courbes permettent de calculer les résistances spécifiques moyennes $\bar{\alpha}$, qui sont reportées sur la figure 40.

Ces valeurs et leur comparaison avec les valeurs obtenues sur C.C.P. et sur filtre-presse, seront discutées plus loin.

D'une façon générale, on peut déjà noter sur les figures 38 et 39 que le tracé t/V vs V correspond bien à l'allure signalée ci-dessus : pente nulle pour $V = 0$, puis croissance jusqu'à une valeur constante obtenue à partir de $V = 1$ litre environ et jusqu'à $V = 3$ à 3,5 litres, au-delà de laquelle on observe une nouvelle représentation linéaire.

Remarque

Une caractéristique particulière peut-être déduite de l'examen de ces courbes : pour toutes les pressions testées (de $0,15 \cdot 10^6$ à $1,25 \cdot 10^6$ baryes), la première droite apparaît vers $V = 1$ litre, et la coupure entre les 2 droites vers 3 à 3,5 litres. A ces dernières valeurs de V correspondent des t/V variant, suivant les pressions, de 0,13 à 0,02 s/cm³, c'est-à-dire des vitesses d'écoulement très variables. On ne peut donc expliquer cette rupture de pente par la seule différence de vitesse d'écoulement, en-deçà de laquelle la sédimentation n'interviendrait pas, tandis que, au-delà, elle aurait un effet notable.

D'autres essais, effectués sur d'autres matériaux, à des pressions et teneurs de la suspension en matières solides variées, ont toujours confirmé ce changement de pente entre 3 et 3,5 litres environ : les formes, masses volumiques, porosités et répartitions granulométriques de ces produits étant tout à fait différentes, on ne peut donc imputer cette rupture de pente au produit lui-même.

Il est donc probable que cette coupure est liée à une caractéristique géométrique de l'appareil, mais il nous a été impossible d'en démontrer analytiquement l'existence ni même de l'expliquer qualitativement.

2235 - Mesure des hauteurs de gâteaux

Une autre approche de ce phénomène peut être obtenue à partir des mesures de hauteur de gâteau.

En effet, si on se base sur la seule théorie élémentaire, la masse de gâteau déposée peut s'écrire $M = W.V$.

D'une façon rigoureuse, on a aussi $M = \Omega.Z.(1-\epsilon).\rho_s$

On aurait donc $Z = (W.V)/[\Omega.\rho_s.(1-\epsilon)]$

La porosité variant peu au cours d'un essai (malgré la résistance initiale non négligeable), on peut aussi admettre que le tracé de Z vs V devrait donner une courbe dont les pentes successives seraient directement proportionnelles aux valeurs de W : $Z = K.(W.V)$.

Nous avons examiné l'essai déjà étudié à la figure 37 ($\Delta P = 0,148 \cdot 10^6$ baryes). Les figures 41 et 42 donnent les variations de V et Z vs t et la figure 43 la variation de Z vs V .

La pente, nulle pour $V = 0$ croît régulièrement jusqu'à $V = 1$ litre environ, puis reste constante jusqu'à 3,2 litres et prend ensuite une autre valeur également à peu près constante mais supérieure à la première.

2236 - Discussion

On peut alors se demander à partir de quelle valeur (1 l ou 3,2 l) la suspension a atteint une concentration constante. D'après la relation $Z = K.(W.V)$ il est à priori impossible de conclure.

Le simple examen de la suspension montre cependant que, lorsque quelques litres de filtrat se sont écoulés, le préfilt commence à s'éclaircir, c'est-à-dire que la sédimentation devient effective.

Or l'écriture $M = W.V$ suppose implicitement que la sédimentation est négligeable. Si tel n'est pas le cas les particules vont descendre plus vite que le liquide de la suspension, c'est-à-dire que la masse de gâteau déposée sera supérieure à $W.V$. Autrement dit, la comparaison brutale de la masse de gâteau (ou de sa hauteur) au volume de filtrat recueilli se traduira par une valeur de W supérieure à la valeur théorique, alors qu'un simple coup d'oeil sur l'opacité de la cellule montre que la réalité est exactement inverse (la teneur de la suspension en matières solides étant sensiblement proportionnelle à W).

Il est remarquable que la diminution effective de W soit surcompensée par l'accroissement de masse du gâteau et qu'il en résulte une nouvelle représentation linéaire t/v vs V , c'est-à-dire une nouvelle représentation parabolique t vs V .

Remarque

Il est cependant difficile d'attacher une valeur trop rigoureuse aux mesures de Z :

- le gâteau n'est en effet jamais parfaitement plan et, suivant les essais ou suivant la génératrice de mesure sur la cellule, les valeurs instantanées de Z peuvent différer d'environ 1 mm par rapport à la valeur moyenne.

- le gâteau est toujours formé avec un "ménisque" plus ou moins important (de 1 à 3 mm), variable dans le temps et difficilement chiffrable avec précision au travers des parois de la cellule et à la limite d'une suspension relativement opaque. Ce ménisque peut correspondre à un léger effet de paroi. (porosité locale plus faible, d'où accroissement du volume de suspension passant à ce niveau) et peut-être aussi à certains frottements du gâteau contre les parois.

- d'autre part ces valeurs, mesurées au vol, seront entâchées d'une certaine erreur, surtout dans les premiers instants de la filtration.

- enfin, l'existence d'un dépôt de particules de volume variable, dans le tube de liaison entre cellule et ballon de suspension, peut former un gâteau de hauteur nettement supérieure à la hauteur prévue.

2237 - Conclusion et résumé des résultats

On verra plus loin que les valeurs de $\bar{\alpha}$ déduites des premières pentes lors des divers essais sont en bon accord avec les valeurs déduites des essais sur C.C.P. ; c'est-à-dire que les valeurs de $\bar{\alpha}$ éventuellement déduites des deuxièmes pentes le seraient nettement par excès.

Il est évident que des essais effectués sur une cellule opaque ou pour lesquels la pression de filtration ne serait pas établie à peu près instantanément pourraient conduire l'expérimentateur à ne tenir compte que de la 2ème droite, c'est-à-dire à lui fournir des valeurs erronées de $\bar{\alpha}$.

On peut noter en conclusion :

- que la forme initiale de la courbe t/V vs V est bien expliquée par le

remplissage initial de la cellule en eau claire.

- que les valeurs de $\bar{\alpha}$ sont obtenues avec une bonne précision (ces valeurs seront ultérieurement comparées à celles mesurées sur les deux autres appareils).

- un changement de pente dans le tracé t/V vs V est observé pour un volume de filtrat de l'ordre de 3 litres à 3,5 litres. Ce résultat, que l'on retrouve avec divers matériaux, est resté inexpliqué.

224 - ESSAIS SUR FILTRE-PRESSE

2241 - Conditions opératoires

Le filtre-presse a été décrit au paragraphe 2121.

Etant donné la perméabilité relativement importante du SPAM, les essais ont été effectués avec une seule surface filtrante. Pour ce faire (voir figure 16), nous avons utilisé un seul cadre et masqué la surface filtrante d'un des plateaux par une feuille de plastique adhésif.

Les mesures des volumes de filtrat recueilli ont été effectuées toutes les 10 secondes par pesée sur une balance de 30 Kg de portée, permettant des relevés jusqu'à 25 litres environ.

Pour les mesures à fortes pressions, c'est-à-dire à gros débits, une personne donnait les "top" toutes les 10 secondes, une autre réglait la pression de filtration à une valeur constante par action sur la vitesse de rotation du moteur à courant continu accouplé à la pompe centrifuge d'alimentation, et une troisième notait les indications de la balance.

La pression était généralement stabilisée au bout de 20 à 30 secondes. Un purgeur d'air automatique à flotteur placé à la partie supérieure du plateau d'extrémité éliminait l'air contenu initialement dans le filtre.

Lors de chaque essai, on notait également les termes correctifs (hauteur de la suspension par rapport à l'axe du filtre dans le vase de garde du manomètre à mercure, hauteur d'eau à la sortie du filtre, diminuant au plus de 1 à 2 cm C.E. du début à la fin de l'essai) ainsi que la température de la suspension à l'entrée du filtre. Dans les cas les plus défavorables, cette température ne variait pas de plus de 2 à 3 dixièmes de degré tout au long d'un essai.

Comme nous l'avons signalé plus haut, les résistances spécifiques moyennes $\bar{\alpha}$ ont été déterminées à partir des pentes des droites $(t-t_0)/(V-V_0)$ vs $V-V_0$, avec $t_0 = 40$ secondes, V_0 étant le volume de filtrat recueilli au bout de ce temps. On élimine ainsi l'imprécision sur le temps 0 réel et l'effet de l'instabilité initiale de la pression.

Tous ces essais ont été effectués avec la même teneur de la suspension en matières solides (650 g de Kieselguhr dans 134,4 litres d'eau filtrée), le terme W valant pratiquement $4,87 \cdot 10^{-3}$ g/cm³.

Seuls les essais 75,76 et 77 ont été réalisés avec une suspension un peu plus concentrée : $W = 5,26 \cdot 10^{-3}$ g/cm³.

2242 - Valeurs de la résistance spécifique moyenne

Les graphiques $(t-t_0)/(V-V_0)$ vs $V-V_0$ correspondant sont reportés sur les figures 44 et 45, les valeurs de $\bar{\alpha}$ vs ΔP sur la figure 46

2243 - Influence de la sédimentation

Il est certain que la sédimentation a une influence plus ou moins marquée sur la formation du gâteau dans le (ou les) cadre du filtre, donc sur les lois de filtration.

Il nous a été impossible de mettre le problème en équation, même dans le cas idéal d'une suspension mono-dispersée. Il ne semble cependant pas que cette influence soit sensible dans le cas de notre filtre-presse et pour les kieselguhrs testés.

En schématisant à l'extrême (voir figure 47) un cadre du filtre presse, on peut imaginer que, dans les premiers instants de la filtration, quand les vitesses d'écoulement sont très grandes, les particules sont rapidement dirigées vers les toiles supports, formant ainsi un gâteau d'épaisseur initiale constante. Quand la vitesse d'écoulement décroît, la composante de la vitesse d'entraînement latérale V_F et de la vitesse de chute V_p tend vers V_p et d'autant plus que les particules sont plus lourdes.

Le gâteau augmentant d'épaisseur, la distance horizontale que doit parcourir une particule pour être captée décroît.

Les grosses particules auront tendance à s'accumuler à la partie inférieure de la toile avec des particules fines présentes dans tout le volume du cadre, le dépôt dans les couches supérieures étant essentiellement formé de particules fines. L'épaisseur du gâteau serait alors plus importante à la base qu'au sommet et il en serait de même de la résistance à l'écoulement. Le système sera donc pratiquement auto-régulateur et l'examen des gâteaux ne permet d'ailleurs pas de déceler de variation sensible d'épaisseur entre la base et le sommet.

Remarque : Essais annexes sur la cellule filtrante

Notons également que des essais de sédimentation ont été réalisés sur la cellule de filtration disposée horizontalement et avec des particules sphériques relativement bien calibrées (polystyrène sulfoné à coeur). Le phénomène est alors très différent, car l'entrée dans le filtre s'effectue loin de la toile support verticale (environ 20 cm) et par un orifice central de diamètre très inférieur à celui de la cellule. Le gâteau formé a une épaisseur apparemment constante dans les premiers instants, et s'épaissit ensuite rapidement par la base, le sommet ne changeant pratiquement plus d'épaisseur car étant pratiquement alimenté en liquide clair.

On peut montrer que, si on considère deux gâteaux homogènes de mêmes volumes (figure 48), l'un deux ayant une épaisseur constante $(Z_1+Z_0)/2$ et l'autre une épaisseur Z_0 au sommet et Z_1 à la base, les résistances à l'écoulement par unité de surface seront respectivement

$$\alpha \cdot \rho_s \cdot (1-\epsilon) \cdot \frac{Z_0+Z_1}{2} \quad \text{et} \quad \alpha \cdot \rho_s \cdot (1-\epsilon) \cdot \frac{Z_1-Z_0}{\text{Log}(Z_1/Z_0)}$$

la seconde étant inférieure à la première.

On conçoit donc que la formation non visible d'un tel gâteau à section trapézoïdale peut conduire à une valeur du $\bar{\alpha}$ moyen apparent trop faible.

2244 - Résistance du support

Les valeurs de la *résistance du support* R_s ont également été reportées sur les figures 44 et 45. Elles sont déterminées à partir de l'ordonnée à l'origine des diverses droites.

On peut noter que R_s croît de façon continue tout au long des essais d'une série. Cet accroissement n'est cependant pas dû à l'encrassement des toiles (colmatage par les fines particules du kieselguhr) : d'une part les toiles sont soigneusement lavées entre chaque essai et d'autre part des essais dans des conditions de pression identique, mais séparés par des essais intermédiaires, nous ont redonné des valeurs sensiblement identiques de R_s .

Nous pensons donc que cet accroissement traduit simplement la compressibilité (d'ailleurs très marquée) des toiles utilisées.

225 - COMPARAISONS DES TROIS SERIES D'ESSAIS

Les diverses valeurs de $\bar{\alpha}$ vs ΔP obtenues sur ces trois appareils sont rassemblées sur la figure 49.

Les écarts relativement faibles entre les diverses valeurs rendent difficiles des conclusions absolues, puisque les valeurs extrêmes ne diffèrent pas de plus de 5 % environ de la valeur moyenne. L'accord général peut donc être considéré comme bon.

Cependant les valeurs de $\bar{\alpha}$ déduites des essais sur cellule sont systématiquement supérieures aux valeurs obtenues sur C.C.P., elles-mêmes supérieures aux valeurs obtenues sur filtre-presse.

Plusieurs hypothèses peuvent être envisagées à priori pour expliquer ces décalages, aucune d'elles n'étant en fait pleinement satisfaisante :

1° - Les calculs consécutifs aux essais sur C.C.P. ont permis l'élimination de l'effet de frottement du gâteau contre les parois. Ces frottements peuvent par contre intervenir dans les essais sur cellule, mais de façon bien moins importante que sur C.C.P. en raison de la compression à peu près continue du gâteau.

Dans cette hypothèse, on devrait trouver lors des essais sur cellule, une résistance spécifique moyenne $\bar{\alpha}$ systématiquement plus faible que pour les essais sur filtre-presse ou sur C.C.P., les valeurs de $\bar{\alpha}$ déduites de ces deux dernières techniques devant être identiques.

Cette hypothèse n'est manifestement pas satisfaisante.

2° - On peut également remarquer que les essais sur C.C.P. ont systématiquement été effectués à l'aide d'eau filtrée sur "Millipore" de 0,45 microns, tandis que les essais sur cellule et sur filtre le sont avec de l'eau filtrée sur cartouche, à "seulement" 5 microns.

Si le pouvoir de rétention du kieselguhr SPAM est sensible entre 0,45 et 5 microns, les résistances mesurées sur cellule ou sur filtre-presse devraient être plus importantes que celles mesurées sur C.C.P. Ce n'est visiblement pas le cas.

Nous avons d'ailleurs effectué deux séries d'essais sur filtre-presse avec un autre kieselguhr (SPN), l'un avec de l'eau non filtrée et l'autre avec de l'eau filtrée à 5 microns. Dans ces conditions, différentes bien sûr de celles évoquées ci-dessus mais qui devraient cependant évoluer dans le même sens, il nous a été impossible de noter une différence sensible entre l'une et l'autre série.

3° - La remarque évoquée au paragraphe 2243 peut également suggérer que, bien qu'aucune *différence sensible de hauteur* ne soit apparemment décelable entre le haut et le bas du gâteau *lors des essais sur filtre-presse* (mais, lors du débatissage du filtre la suspension qui existait dans le cadre correspondant ruisselle brutalement, ce qui peut perturber la surface apparente du gâteau), une telle légère différence existe cependant effectivement. On sait alors que la résistance spécifique moyenne apparente est un peu plus faible que la valeur réelle, ce qui pourrait expliquer les valeurs relatives correspondantes de $\bar{\alpha}$ sur la figure 49. L'explication n'est cependant pas applicable aux décalages entre les mesures sur C.C.P. et sur cellule.

La seule hypothèse qui, à notre avis, justifie au moins qualitativement les positions relatives des 3 séries de valeurs, est double :

4° - On peut noter, en considérant le gâteau en cours de formation *sur C.C.P.*, que la sédimentation peut avoir un effet non négligeable, malgré la présence du vase de Mariotte annexe (voir paragraphe 22) qui accélère légèrement le dépôt du gâteau : lorsque celui-ci se forme on constate en effet la présence d'une surverse trouble, donc chargée en fines particules. La descente du second papier protecteur est cependant telle qu'il laisse derrière lui une surverse à peu près claire, c'est-à-dire qu'il récupère l'essentiel des fines particules qui vont ainsi se trouver bloquées à la surface du gâteau. On aurait donc affaire à un gâteau sensiblement homogène, surmonté d'une couche de très fines particules et on sait que, pour 2 résistances en série, la plus forte des deux a un effet prépondérant sur la résistance globale.

Lors d'une filtration "normale" sur cellule ou sur filtre-presse, le gâteau obtenu est obligatoirement plus homogène.

Donc la résistance spécifique moyenne déterminée à partir des essais sur C.C.P. serait plus importante que celles déterminées sur cellule ou sur filtre-presse.

On explique donc ainsi le décalage des mesures sur C.C.P. par rapport aux mesures sur filtre-presse, mais pas par rapport aux mesures sur cellule.

5° - Par ailleurs, nous avons pu déceler une différence très nette de teneurs en impuretés de l'eau d'alimentation entre l'entrée du dégazeur de la cellule et la sortie (c'est-à-dire l'entrée dans la cellule proprement dite, juste avant le ballon de stockage de la suspension).

L'eau entrant dans le dégazeur est relativement claire, car filtrée à 5 microns, alors qu'à la sortie du dégazeur elle contient des quantités assez importantes d'impuretés. Après démontage du dégazeur suivi d'un nettoyage approfondi de tous ses éléments, cette pollution avait à peu près disparu, mais recommence à se manifester après quelques jours d'utilisation. On constate d'ailleurs un ternissement rapide de la gaine en acier inoxydable protégeant les résistances chauffantes ainsi que du serpentín de refroidissement en cuivre.

Il est probable que les bulles d'air qui prennent naissance sur ces parois lors du dégazage favorisent une oxydation superficielle et décollent partiellement les particules d'oxyde. Certaines de ces particules se retrouvent d'ailleurs contre la face inférieure de la toile support, lors des fluidisations successives. Mais il se peut que d'autres traversent ce support, se mélangent à la suspension et donnent ensuite naissance à un gâteau partiellement colmaté donc plus résistant.

Ceci pourrait expliquer les valeurs de $\bar{\alpha}$ relativement élevées notées lors des essais sur cellule.

Il serait possible de vérifier cette hypothèse par des séries de filtrations sous des pressions d'abord croissantes, puis décroissantes, puis à nouveau croissantes, etc... Les résistances spécifiques mesurées devraient être systématiquement de plus en plus élevées pour une même pression de filtration. Nous n'avons pas effectué ce contrôle.

Postérieurement à tous ces essais, ayant noté la présence de ces impuretés, nous avons utilisé la seule technique envisageable, consistant à filtrer l'eau à la sortie du dégazeur (avant son entrée dans la cellule) sur une cartouche fibreuse de rétention 5 microns. Ceci a nécessité le remplacement de la pompe existante par un modèle nettement plus puissant pour permettre, malgré l'accroissement important de perte de charge dû à ce filtre, une fluidisation rapide du gâteau.

L'effet de ce filtre sur la reproductibilité des essais effectués depuis lors est très net.

Conclusion

Compte tenu d'une part du caractère souvent estimatif de certaines des hypothèses formulées et d'autre part des écarts assez peu importants entre les diverses valeurs de $\bar{\alpha}$ déterminées par les trois méthodes, nous pouvons conclure que les calculs prévisionnels d'un filtre sont parfaitement envisageables.

Moyennant certaines précautions dans l'expérimentation et l'interprétation les valeurs extrapolées seront correctes à quelques % près.

226 - LE MODELE DE KOZENY ET LE KIESELGUHR SPAM

On sait que la résistance spécifique déduite du modèle de Kozeny-Carman vaut :

$$\bar{\alpha} = \frac{h_K \cdot a_g^2 (1-\epsilon)}{\epsilon^3 \cdot \rho_s} \quad (13)$$

où h_K est la constante de Kozeny, souvent prise égale à 5 et a_g la surface spécifique des particules, rapport de leur surface à leur volume.

2261 - La surface spécifique

La surface spécifique massique du SPAM mesurée par la méthode B.E.T., a été trouvée de $0,87 \text{ m}^2/\text{g}$, soit une surface spécifique volumique $a_g = 0,87 \cdot 10^4 \times 2,31 = 2 \cdot 10^4 \text{ cm}^2/\text{cm}^3$.

Mais cette surface spécifique très faible correspond à une utilisation extrême de l'appareil B.E.T. et cette valeur ne peut être considérée comme dé-

finie qu'à ± 30 ou 40 % près ; c'est-à-dire que la surface spécifique peut varier de $1,2$ à $2,8 \cdot 10^4 \text{ cm}^2/\text{cm}^3$.

La surface spécifique intervenant au carré dans l'équation (13), $\bar{\alpha}$ sera donc déterminé de façon très imprécise par cette méthode.

Une connaissance exacte de la surface spécifique totale du matériau ne permettrait cependant pas nécessairement de prévoir une valeur plus exacte de $\bar{\alpha}$. Par la méthode B.E.T., on mesure en effet la totalité de la porosité externe et interne des carapaces de diatomées fossiles et en particulier les micropores internes dont les dimensions moyennes sont de quelques fractions de microns. Il semble bien que tous ces micropores soient aisément pénétrés par l'eau dès la mise en suspension, mais il est beaucoup moins certain que l'eau y circule ensuite, c'est-à-dire que tous ces pores participent à la filtration.

On peut donc raisonnablement estimer que la surface effective qu'il faudrait faire intervenir dans l'équation (13) devrait être sensiblement inférieure aux valeurs évoquées plus haut, sans qu'il soit pratiquement possible de chiffrer ce décalage.

La répartition granulométrique donnée par les essais au compteur électronique "Coulter" (voir figure 7) ne représente pas non plus obligatoirement la structure vraie du produit. Le comptage correspondant à la mesure de la résistance électrique apportée par le passage d'une particule isolante dans un tube rempli d'un électrolyte conducteur, il est évident que, suivant les sections des micropores, on pourra mesurer des résistances électriques, donc des volumes de particules, donc des "diamètres", qui ne correspondront pas nécessairement aux dimensions réelles.

On peut également noter que les 3 histogrammes de la figure 7 diffèrent relativement peu les uns des autres, alors que l'expérience prouve que les résistances spécifiques (et les perméabilités) sont très différentes pour ces trois matériaux.

2262 - La porosité

Il est également probable, pour les mêmes raisons que celles évoquées au sujet de la méthode B.E.T., que la porosité effectivement ouverte à l'écoulement est inférieure à la valeur moyenne $0,805$ précédemment déterminée par les essais sur C.C.P.

2263 - La "constante" de Kozeny

Enfin la valeur de h_K ne peut être prise à priori égale à 5 , cette valeur moyenne n'ayant de sens que pour les gâteaux formés de particules isométriques, donc de porosités moyennes ($0,3$ à $0,6$).

Pour les porosités plus élevées, on trouve dans la littérature des relations du type de la formule 15, donnant h_K vs ϵ , mais qui ont été établies par des papetiers pour des matériaux fibreux, c'est-à-dire de structures très éloignées de celles des Kieselguhrs.

2264 - Discussion

Supposons cependant que l'on admette, pour les gâteaux de SPAM, les valeurs moyennes $h_K = 5 - \epsilon = 0,805 - a_g = 2 \cdot 10^4 \text{ cm}^2/\text{cm}^3$. On en déduit $\bar{\alpha} = 3,2 \cdot 10^8 \text{ cm/g}$.

Cette valeur est évidemment environ 2,5 fois plus forte que les valeurs réelles moyennes, mais on peut quand même dire que, compte tenu de toutes les imprécisions signalées ci-dessus, il est déjà remarquable que l'on obtienne cet accord.

Il suffirait d'ailleurs d'adopter pour a_g une valeur de l'ordre de $1,3 \cdot 10^4 \text{ cm}^2/\text{cm}^3$ (valeur comprise dans la fourchette signalée plus haut) pour que la valeur de $\bar{\alpha}$ correspondante coïncide à peu près parfaitement avec les valeurs expérimentales...

Notons également que la formule de Kozeny appliquée de la même façon à deux autres types de Kieselguhrs donne des résultats beaucoup trop forts : de l'ordre de 150 fois, alors que les surfaces B.E.T. correspondantes sont données avec une précision très acceptable.

On peut donc conclure que, sauf cas exceptionnel, la formule de Kozeny pourra difficilement être appliquée aux Kieselguhrs. Des valeurs plus exactes de $\bar{\alpha}$ seront obtenues par des essais sur filtre (réel ou cellule) ou sur C.C.P.

23 - ESSAIS SUR FILTRE-PRESSE DE MELANGES BINAIRES DE KIESELGUHRS

Les essais ont porté sur 3 mélanges :

SPAM-SPN ; SPAM-SP3 ; SPN-SP3

Le stock initial de Kieselguhr SPN s'étant épuisé à la fin de la première série d'essais, nous avons effectué la 3ème série avec une nouvelle livraison, mais dont la perméabilité s'est avérée assez différente de la précédente, ce qui ne permet pas une comparaison totale des 3 essais.

Les deux qualités successives de SPN ont ainsi été affectées des indices 1 et 2.

Les pourcentages indiqués sont des pourcentages massiques, pratiquement peu différents des pourcentages volumiques étant données les faibles différences des masses volumiques.

231 - MELANGES SPAM-SPN1

Comme pour les essais sur le SPAM pur, nous avons déterminé sur filtre-presse la résistance spécifique moyenne $\bar{\alpha}$ à partir des mesures de la pente de $t-t_0/V-V_0$ vs $V-V_0$, en choisissant arbitrairement $t_0 = 40 \text{ s}$. Ce temps semble en effet suffisant pour que la pression puisse être considérée comme stabilisée quels que soient les essais et est cependant assez réduit pour laisser disponible un nombre suffisant de points de mesures ($\Delta t = 10 \text{ s}$).

Pour les fortes teneurs des mélanges en SPAM, nous avons maintenu les essais avec une seule surface filtrante ($\Omega = 260 \text{ cm}^2$). Pour les teneurs plus faibles, nous avons utilisé un cadre normal avec les deux surfaces de plateaux correspondantes ($\Omega = 520 \text{ cm}^2$).

Etant donné les variations relativement faibles des porosités et des masses volumiques d'une part, des teneurs massiques de la suspension en matières solides d'autre part, on peut voir que l'on est en droit d'écrire $W = 1,015 \cdot \rho_g \cdot s$ pour tous les mélanges testés.

Sur chaque mélange, nous avons effectué 4 ou 8 essais, sous des pressions croissant de 0,15 à 1,5 bar environ.

Un exemple détaillé de résultats expérimentaux (correspondant à une des plus mauvaises séries d'essais) est donné sur les figures 50 et 51, certaines données étant reportées sur le tableau 52. Mis à part les essais 118 et 125, qui conduisent à des résultats manifestement erronés, l'allure générale des phénomènes est satisfaisante. On peut se rendre compte de l'existence de ces deux essais anormaux en portant (fig. 53) la pente des droites de la figure 51 vs le rapport $\eta/\Delta P$. Les points correspondants devraient être alignés, à la faible compressibilité près du produit. Ce n'est visiblement pas le cas pour les deux essais ci-dessus.

Les courbes de $\bar{\alpha}$ vs ΔP pour les divers mélanges sont données sur la figure 54.

Pour un même mélange, les décalages entre les valeurs de $\bar{\alpha}$ traduisent la compressibilité du matériau. Ces décalages sont plus importants pour le SPN1 pur et pour les mélanges à fortes teneurs en SPN1 que pour le SPAM pur (jusqu'à 16 % au lieu de 7 %).

Les valeurs de $\bar{\alpha}$ en fonction du pourcentage massique en SPN1 sont traduites sur la figure 55, pour $\Delta P = 0$ (extrapolation des courbes de la figure 54) et pour $\Delta P = 1,5$ bar.

232 - MELANGES SPAM-SP3

Les résultats expérimentaux, obtenus dans les mêmes conditions que pour l'essai précédent, sont traduits sur les tableaux de la figure 56 et sur la figure 57.

Pratiquement, les valeurs données par ces courbes n'ont d'intérêt que pour les valeurs extrapolées à $\Delta P = 0$, en raison d'une anomalie dans l'alimentation du filtre, liée à la composition du kieselguhr SP3 et à la conception du circuit de circulation de la suspension.

L'explication de cette anomalie sera donnée au paragraphe 234.

Les valeurs de $\bar{\alpha}$, obtenues par extrapolation à $\Delta P = 0$ des courbes de la figure 57 sont données sur la figure 58.

233 - MELANGES SPN2-SP3

Comme nous l'avons précédemment indiqué cet essai a dû être effectué avec une qualité de kieselguhr SPN différente de la première et que nous avons baptisé SPN2.

La résistance spécifique du SPN1 était de l'ordre de 35.10^8 cm/g, tandis que celle du SPN2 est de l'ordre de 50.10^8 cm/g.

Les tableaux des résultats sont donnés sur la figure 59 et les courbes $\bar{\alpha}$ vs ΔP sur la figure 60.

On retrouve les mêmes anomalies qu'avec les mélanges précédents de SPAM et SP3. D'autre part, étant donné la peu de différences entre les valeurs des résistances du SPN2 et du SP3, les valeurs extrapolées à $\Delta P = 0$ sont obtenues avec une précision très douteuse.

Ces valeurs sont reportées sur la figure 61.

234 - LES ANOMALIES APPARENTES DE COMPRESSIBILITE DU SP3

Les courbes des figures 57 et 60 ont une allure tout à fait inhabituelle et anormale : au fur et à mesure que la teneur en SP3 augmente dans l'un ou l'autre des mélanges, la concavité des différentes courbes s'accroît très fortement.

Pour du SP3 pur par exemple, la résistance spécifique correspondant à $\Delta P = 1,5$ bar est supérieure de 230 % à sa valeur extrapolée à $\Delta P = 0$, ce qui est en contradiction formelle avec les caractéristiques habituelles bien connues des kieselguhrs : on sait en effet que ces adjuvants de filtration sont caractérisés par une compressibilité très faible et que l'on néglige souvent en première approximation.

Nous pensons que, au fur et à mesure de l'augmentation de la pression de filtration, nous avons formé dans les cadres du filtre-pressé des gâteaux de structure de plus en plus serrée, donc de plus en plus résistante.

Il semble, comme nous allons tenter de le montrer, que cette anomalie soit due à la structure particulière du kieselguhr SP3 et à la conception adoptée pour le circuit de circulation de la suspension.

Nous avons précédemment indiqué que ce kieselguhr (qui est un produit brut, rarement utilisé en filtration en raison de ses piètres qualités) contient une quantité non-négligeable (de l'ordre de 5 à 10 % en poids) de grosses particules et en particulier de grains de sable non poreux. Ce type de particules étrangères n'existe ni dans le SPAM ni dans le SPN.

Si on imagine les diatomées simples ou agglomérées sous la forme de plaques ou de polyèdres étoilés, on conçoit que la présence des particules pleines écarte beaucoup ces diatomées, augmentant donc la porosité et la perméabilité de l'ensemble.

Nous pensons donc que la résistance relativement forte observée pourrait correspondre à une diminution de la teneur du gâteau en particules pleines, entraînant une diminution de sa perméabilité.

Or, les pressions élevées (1,5 bar) ont été obtenues en augmentant la vitesse de rotation de la pompe jusqu'à 2.000 à 3.000 t/min. environ. D'après les courbes caractéristiques de la pompe fournies par le constructeur, nous pouvons estimer le débit correspondant à 10 ou 20 m³/h. Ceci correspond, dans la tubulure verticale de refoulement, donc au niveau de l'alimentation du filtre, à des vitesses moyennes de la suspension allant de 1 à quelques mètres par seconde (tube de 2").

Le piquage vers le filtre étant branché sur un té de même diamètre que la conduite de refoulement (comme on peut le voir sur la figure 15) et les débits vers le filtre étant relativement faibles (de 1 à quelques litres/minute, mis à part les premiers instants de la filtration), on conçoit alors que les particules, lourdes passant verticalement devant cette dérivation auront une énergie cinétique trop importante pour pouvoir être déviées vers le filtre.

Pour le vérifier, nous avons effectué une série d'essais, tous à même forte pression (1,5 bar environ), mais en étranglant progressivement, d'un essai à l'autre, le refoulement de la pompe pour réduire la vitesse de la suspension au droit du piquage vers le filtre.

Nous connaissons en effet, par des essais effectués sur le poste d'études des pertes de charge du laboratoire et portant sur un robinet identi-

que à celui du filtre, la courbe donnant le débit relatif en fonction du taux d'ouverture pour une alimentation sous pression constante.

Nous avons donc tracé (fig. 62), le graphique donnant la résistance spécifique mesurée sur le filtre en fonction du débit relatif dans la canalisation de refoulement de la pompe (nous négligeons le débit dévié vers le filtre proprement dit).

On constate que, au fur et à mesure que l'on ferme le robinet (de droite à gauche sur la figure 62) la résistance du gâteau recueilli diminue, passe par un minimum et recroît légèrement. On conçoit en effet que, si le robinet est entièrement fermé, le seul débit de suspension est le débit d'alimentation du filtre, et que la vitesse de chute des "gros" grains de sable sera rapidement supérieure à la vitesse d'entraînement de la suspension : on alimentera encore le filtre avec une suspension moins chargée en grosses particules, créant donc un gâteau plus résistant.

Notons cependant que ces résultats ont un intérêt surtout qualitatif. Nous avons en effet dû effectuer ces essais avec une livraison de SP3 de qualité nettement différente de la précédente : les résistances spécifiques de ce dernier lot sont environ 4 fois plus fortes que celles du premier et la teneur en particules lourdes semble plus faible.

Nous avons récupéré 3 gâteaux correspondant, le 1er au robinet entièrement fermé, le 2ème au robinet très légèrement ouvert (à sensiblement minimal) et le 3ème au robinet ouvert en grand. Les gâteaux ont été séchés, pesés, lavés sur un tamis de 63 microns d'ouverture de mailles, et les grosses particules (agglomérats de diatomées et particules pleines) récupérées, séchées et pesées. Les pourcentages massiques sont respectivement de 6 %, 9 % et 5 % environ, ces chiffres se plaçant bien dans le cadre des hypothèses précédemment formulées.

235 - Comparaison des modèles et des mélanges binaires réels

Comme l'a récemment rappelé BEN AIM [5], on peut imaginer un certain nombre de modèles de gâteaux. Les plus simples d'entre eux sont les modèles à "ségrégation maximale" (ou à dispersion minimale) dans lesquels chacun des constituants est rassemblé sous la forme de petites cellules élémentaires juxtaposées pour former le gâteau.

Remarque

À côté de ces modèles à ségrégation maximale, on peut imaginer un modèle à "ségrégation minimale" (ou à dispersion maximale) dans lequel les particules de chacun des constituants, au lieu de se rassembler, se dispersent au hasard dans le gâteau.

Considérons les modèles à ségrégation maximale, d'interprétation simple et désignons par B la perméabilité de l'ensemble, par B_1 et B_2 la perméabilité de chacun des constituants (avec $B_2 > B_1$) et par y la teneur volumique du mélange en constituant 1, $(1-y)$ étant donc la teneur en constituant 2.

Diverses dispositions relatives des cellules élémentaires sont concevables, 3 d'entr'elles étant schématisées sur la figure 63.

On peut par exemple rassembler les constituants 1 et 2 en deux couches qui seront disposées soit parallèlement soit perpendiculairement à la direction générale de l'écoulement : ce seront les modèles en parallèle ou en série. On peut également disposer les cellules au hasard, mais permettre cependant une interconnexion du filtrat toutes les deux couches par exemple pour

simuler les dérivations latérales existant entre les pores du gâteau réel. Ce dernier modèle, appelé modèle à séquences, devrait être a priori plus proche de la réalité que les précédents.

Les lois de composition des perméabilités, démontrées dans l'article évoqué ci-dessus [5] s'écrivent :

$$\text{- modèle "en parallèle" : } B = y.B_1 + (1-y).B_2$$

$$\text{- modèle "en série" : } \frac{1}{B} = \frac{y}{B_1} + \frac{1-y}{B_2}$$

$$\text{- modèle "à séquences" : } B = y^2.B_1 + 4.y.(1-y).\frac{B_1.B_2}{B_1+B_2} + (1-y)^2.B_2$$

Une autre loi, initialement empirique, mais à laquelle MATHERON [38] a donné une base théorique, s'écrit

$$\text{Log } B = y.\text{Log } B_1 + (1-y).\text{Log } B_2$$

Il est enfin possible d'appliquer le modèle de Kozeny aux mélanges, en faisant cependant l'hypothèse que la porosité et la constante de Kozeny sont les mêmes pour chaque constituant élémentaire. On aboutit alors à :

$$B = \frac{1}{\frac{y^2}{B_1} + \frac{2y.(1-y)}{\sqrt{B_1.B_2}} + \frac{(1-y)^2}{B_2}}$$

En pratique, étant donné les valeurs souvent très éloignées des perméabilités B_1 et B_2 , il est plus aisé de représenter en fonction de y , non pas B , mais une grandeur d'écart

$$E = \frac{B - B_1}{B_2 - B_1}$$

qui varie de 1 à 0 quand y varie de 0 à 1.

Dans notre cas nous ne connaissons cependant pas directement la perméabilité, mais nous pouvons la calculer à partir de :

$$B = \frac{1}{\bar{\alpha}.\rho_s.(1-\epsilon)}$$

Les valeurs de $\bar{\alpha}$ obtenues pour les 3 mélanges ayant été extrapolées pour $\Delta P = 0$, nous avons déterminé les porosités correspondantes en formant des gâteaux par sédimentation dans des éprouvettes graduées :

$$\text{SPAM : } 0,818 - \text{SPN1 : } 0,843 - \text{SPN2 : } 0,847 - \text{SP3 : } 0,899$$

Nous avons également déterminé, dans les mêmes conditions, les porosités de mélanges 50 % - 50 % des 3 produits. Comme on pouvait le prévoir, les valeurs trouvées sont, aux erreurs de mesures près, les moyennes des porosités des constituants purs.

Nous admettons donc, pour le calcul de la perméabilité B des mélanges à partir des valeurs de $\bar{\alpha}$, une variation linéaire de la porosité entre les valeurs extrêmes. Il en sera de même pour la masse volumique des mélanges.

Enfin, si x est la teneur massique d'un mélange en constituant 1, la teneur volumique sera donnée en fonction des masses volumiques ρ_1 et ρ_2 des constituants 1 et 2 par

$$y = \frac{x \cdot \rho_2}{x \cdot \rho_2 + (1-x) \cdot \rho_1}$$

Les résultats sont reportés sur les tableaux de la figure 64. Le tableau correspondant au mélange SPN2 - SP3 montre cependant une anomalie très nette dans les mesures, conduisant à des valeurs fortement négatives de la grandeur d'écart E.

Des valeurs négatives de E ont été observées dans ce laboratoire par BEN AIM [4], mais dans des conditions tout à fait différentes : il s'agissait de l'inclusion de grosses particules sphériques dans un lit de petites particules sphériques.

Il est évident que, dans ce cas, on ne peut plus faire appel aux modèles à ségrégation maximale, mais qu'il faudra avoir recours au modèle à ségrégation minimale dans lequel les particules de chaque constituant sont parfaitement dispersées dans le gâteau.

BEN AIM a montré que, dans ce cas, chaque grosse sphère crée, dans son voisinage immédiat, une perturbation se traduisant en particulier par un accroissement local de porosité, cet accroissement pouvant cependant (suivant les teneurs en grosses et petites particules et suivant les rapports de leurs diamètres) être annulé et même rendu négatif par la porosité nulle des grosses sphères. C'est-à-dire que la présence des grosses sphères pourra se traduire, dans certaines conditions, par une diminution de la porosité globale du gâteau et aussi par une diminution de la perméabilité B par rapport à la perméabilité B_1 du constituant le moins perméable.

On observera donc alors une grandeur d'écart $E = \frac{B - B_1}{B_2 - B_1}$ négative, mais le calcul et l'expérience prouvent que ces valeurs négatives ne sont jamais que très faiblement inférieures à 0.

Or les valeurs de E, dans le cas du mélange SPN2 - SP3, descendent jusqu'à - 0,36 comme on peut le voir sur le 3ème tableau de la figure 64.

Il est d'autre part évident que si la présence de grosses sphères dans un lit de petites sphères peut expliquer cette diminution de la perméabilité B, un raisonnement analogue est inconcevable pour un mélange de 2 lots de particules dont les formes et dimensions sont sensiblement du même ordre.

Il est donc certain, malgré l'allure a priori acceptable de la courbe de la figure 61 ($\bar{\alpha}$ vs % SP3) que ces mesures sont incorrectes.

Nous avons d'ailleurs signalé précédemment que les faibles écarts entre les valeurs des résistances spécifiques des constituants purs (SPN2 - SP3) ne permettaient pas de garantir avec assez de précision les valeurs intermédiaires.

Les seules séries de mesures intéressantes portent sur les mélanges SPAM - SPN1 et SPAM - SP3, traduites sur les figures 65 et 66. Nous avons également reporté sur ces figures les valeurs de E déduites des divers modèles proposés.

On constate que la courbe qui se rapproche le plus de la courbe expérimentale est celle déduite du modèle de Kozeny à ségrégation maximale, et ceci malgré les hypothèses peu rigoureuses ayant servi de base à l'établissement de cette formule :

- d'une part identité des valeurs de ϵ et de h_K pour les deux

constituants,

- d'autre part (et surtout) hypothèses de la ségrégation maximale. Pour que cette hypothèse ait un sens physique il serait nécessaire d'admettre qu'il existe dans le gâteau des agrégats de chacun des kieselguhrs non mélangés. Un examen au microscope d'un échantillon de gâteau ne permet pas de donner la réponse, mais, étant donné la forte agitation et les brassages violents créés par les passages répétés de la suspension dans la pompe centrifuge, une telle hypothèse nous semble difficilement acceptable.

Il est plus probable que nous avons ici un cas analogue à celui de l'application du modèle de Kozeny du faisceau de pores cylindriques, identiques, droits et indépendants à un milieu réel : le modèle de Kozeny est extrêmement éloigné de la réalité et conduit cependant à des résultats en bon accord avec l'expérience.

Pour les mélanges de kieselguhrs testés nous dirons que tout se passe "comme si" nous avions affaire à un mélange à ségrégation maximale, alors qu'il est beaucoup plus raisonnable d'admettre une dispersion maximale.

236 - Résumé des résultats sur les mélanges de kieselguhrs

Nous avons mesuré les résistances spécifiques de 3 mélanges de kieselguhrs avec des teneurs variant de 0 à 1. Deux seulement de ces mélanges (correspondant à des résistances bien distinctes pour les constituants purs) ont conduit à des résultats acceptables.

Nous avons ensuite comparé les valeurs mesurées aux valeurs calculées à partir des théories classiques des mélanges binaires. Nous en déduisons que le modèle de Kozeny à ségrégation maximale traduit le mieux les résultats expérimentaux.

24 - ESSAIS DE FIBRES DE NYLON SUR CELLULE DE FILTRATION

241 - GENERALITES

Les essais ont porté sur les fibres G et H dont les répartitions en diamètres et longueurs ont été données aux figures 8, 9, 10, 11.

Le support était généralement une toile à mailles carrées en acier inoxydable d'une ouverture de mailles de 34 microns et de résistance à l'écoulement pratiquement négligeable.

Une caractéristique remarquable de ces fibres est leur perméabilité élevée, liée à une forte porosité (pour un diamètre de fibre donné cette porosité croît avec la longueur).

On peut par exemple noter que les deux gâteaux de fibres testés ont des porosités du même ordre de grandeur (ou plus faible) que celle du kieselguhr SPAM (le plus perméable des 3) mais que les résistances spécifiques des gâteaux fibreux sont environ 50 fois plus faibles que celles des gâteaux de SPAM. (Il est probable qu'une grande partie de la porosité interne des kieselguhrs soit une porosité morte).

Ces grandes perméabilités vont entraîner des débits de filtrat très élevés, tels que la durée totale d'un essai (récupération de 10,5 litres de filtrat) durera de 25 à 135 secondes environ.

On conçoit alors que les vitesses de sédimentation des particules puissent être négligées vis-à-vis des vitesses d'écoulement de la suspension. Dans le cas le plus défavorable (nylon G, pression de filtration minimale) le débit unitaire en fin d'essai est encore de l'ordre de $1,9 \text{ cm}^3/\text{cm}^2.\text{s}$. Or la vitesse de chute des fibres G est de l'ordre de $0,1 \text{ cm/s}$ dans de l'eau à 20° (cette vitesse variant dans des proportions très importantes suivant l'orientation de la fibre au cours de sa descente).

242 - REGIME D'ECOULEMENT

Etant donné les vitesses de filtration, il était a priori nécessaire de contrôler si le régime d'écoulement du filtrat dans le gâteau était laminaire ou si on pouvait au moins le considérer comme tel pendant la majeure partie de chaque essai.

On sait que l'on définit un critère de Reynolds des pores par :

$$Re_p = \frac{\rho \cdot u_m}{\eta \cdot (1-\epsilon) \cdot d_g}$$

et que, d'après les théories classiques, le régime reste purement laminaire tant que Re_p est inférieur à environ 1.

La surface spécifique d'une fibre de diamètre d_f et longueur L_f étant $d_f = \frac{4}{d_f} + \frac{2}{L_f}$ on obtient, pour les fibres G et H, des surfaces spécifiques de 920 et 900 cm^2/cm^3 .

En adoptant pour les deux matériaux une même porosité approximative de 0,73 on en déduit que $Re_p \sim 0,4 u_m (\text{cm/s})$, c'est-à-dire que les débits maximaux acceptables pour que Re_p soit inférieur à 1 sont de l'ordre de $50 \text{ cm}^3/\text{s}$. Sachant que $t/V = 1/2 \cdot (dt/dV)$ on voit donc que t/V devrait rester supérieur à environ $10 \cdot 10^{-3} \text{ s/cm}^3$.

Le dépouillement des mesures montre que cette condition n'est que très rarement réalisée, bien que la représentation t/V vs V reste linéaire.

Nous avons alors repris ces mêmes essais, mais en remplaçant la toile métallique support initial par plusieurs toiles métalliques ou toiles de nylon superposées, telles que le débit soit suffisamment ralenti pour obtenir en toutes circonstances des valeurs acceptables de t/V , donc un régime laminaire. Même dans ces conditions les vitesses d'écoulement restent très supérieures aux vitesses de sédimentation.

On pourra noter que, dans ce cas, il n'est plus possible d'appliquer les équations de filtration sous leur forme simple classique. En effet, la résistance du support est alors telle que la perte de charge correspondante $p_2 - p_0$ est loin d'être négligeable et ceci pratiquement même en fin d'essai. La pression de filtration ΔP étant maintenue constante, il s'en suit que la chute de pression $p_1 - p_2$ dans le gâteau seul va croître continuellement, mais sans jamais pouvoir être assimilée à ΔP comme nous l'avons fait précédemment.

La résistance du support étant connue à partir des mesures de perte de charge et débit lors de la fluidisation du gâteau, on peut tracer le graphique de la figure 67, qui correspond à un gâteau de fibres de nylon G filtré sous une pression de 50 cm (mercure - eau). Dans ce cas, la résistance du support était de $7,6 \cdot 10^6 \text{ cm}^{-1}$, ce qui est une valeur élevée. Pour les essais précédents la résistance du support était de 10^2 fois plus faible environ (de l'ordre de 10^5 cm^{-1}), si bien que l'essentiel de la filtration s'effectuait

dans des zones proches de l'origine, où $p_2 - p_0$ était franchement négligeable devant ΔP .

Or l'équation de filtration, quel que soit le type d'alimentation adopté, peut s'écrire

$$\bar{\alpha} = \frac{\Omega^2.(p_1 - p_2)}{\eta.W.V.(dV/dt)}$$

Les mesures effectuées permettent d'obtenir V et dV/dt , tandis que $p_1 - p_2$ est relevé sur le graphique pour chaque valeur de dV/dt .

Les résultats de cet essai sont donnés sur le tableau de la figure 68.

Un essai sous la même pression ΔP , mais avec un support de résistance négligeable, est reproduit sur la figure 69 ($R_s = 1,12 \cdot 10^5 \text{ cm}^{-1}$). Les valeurs de $\bar{\alpha}$ déduites de l'un ou l'autre de ces essais sont évidemment différents, bien que la pression de filtration ΔP soit identique : avec le support de résistance négligeable on mesure sensiblement $\bar{\alpha}$ vs ΔP , tandis qu'avec le support de résistance importante on mesure $\bar{\alpha}$ vs $p_1 - p_2$, $p_1 - p_2$ étant très inférieur à ΔP .

Les résultats de tous les essais du premier type et ceux d'une série d'essais du second type sont traduits sur la figure 70 pour le nylon G.

On constate que, aux erreurs d'expérience près, et dans le domaine testé, il n'y a pas de différence sensible entre les diverses valeurs de $\bar{\alpha}$, même pour des valeurs du critère de Reynolds bien supérieures à l'unité. On peut éventuellement supposer que cette limite 1 est essentiellement définie pour les milieux formés de particules isométriques, tandis que, pour les milieux fibreux dont les pores sont bien moins tortueux, cette limite serait sensiblement supérieure.

243 - RESULTATS

Les résultats de ces essais sont traduits sur les figures 70 et 71 pour les nylons G et H.

On note, comme on pouvait s'y attendre, une compressibilité relativement élevée de ces matériaux. Par exemple, lorsque ΔP passe de $0,1 \cdot 10^6$ à $0,75 \cdot 10^6$ baryes la résistance spécifique du nylon G croît de 69 %, celle du nylon H de 86 %. On sait d'ailleurs que la compressibilité des milieux fibreux croît lorsque la longueur des fibres augmente.

Ce même phénomène apparaît dans les courbes de porosité de la figure 72, correspondant à des essais de compressibilité des deux matériaux effectués sur C.C.P.

Ces valeurs sont en bon accord avec les valeurs des porosités moyennes déduites des mesures de hauteur de gâteau sur cellule, compte tenu de l'imprécision dans la lecture de la hauteur (effet de parois).

244 - MODELES ET THEORIES DES PERTES DE CHARGE DANS LES MILIEUX FIBREUX

On a depuis longtemps cherché à prévoir la perte de charge d'un milieu fibreux à partir des caractéristiques des fibres (longueur, diamètre),

de la compacité du milieu (porosité, densité de fibres) et des caractéristiques du fluide.

Le problème est cependant assez complexe, car les tampons fibreux sont caractérisés par une perte de charge qui, bien que généralement faible en valeur absolue est quand même importante au égard aux fortes porosités.

Divers modèles, conduisant à des lois fort différentes, ont été proposés.

2441 - Le modèle de Kozeny - Carman

Nous avons vu que le modèle de Kozeny conduit à :

$$\alpha = h_K \cdot \frac{a_f^2 \cdot (1-\epsilon)}{\epsilon^3 \cdot \rho_s} \quad (13)$$

avec

$$a_f = \frac{4}{d_f} + \frac{2}{L_f}$$

La première difficulté est le choix de la valeur de la constante de Kozeny. On sait en effet que le modèle du faisceau de pores cylindriques, identiques, droits et indépendants amène la définition d'une constante

$$h_K = 2 \cdot \gamma \cdot T^2 \quad (27)$$

où γ est le facteur de non-circularité des pores (les valeurs extrêmes étant 0,83 pour un pore à section en forme de triangle équilatéral et 1,5 pour un pore à section en forme de rectangle infiniment allongé ; les valeurs moyennes excèdent de peu l'unité) et T la "tortuosité", rapport de la longueur réelle moyenne des chemins fluides à l'épaisseur du milieu poreux. Pour les matériaux isométriques classiques T est de l'ordre de $\sqrt{2}$, ce qui correspond à un cheminement du fluide en "zig-zag" avec des orientations successives de $\pm 45^\circ$ par rapport à la direction générale de l'écoulement.

Pour ces matériaux isométriques h_K est ainsi de l'ordre de 4,5 à 5, mais il est bien connu que ce chiffre ne reste valable que pour des porosités moyennes, pratiquement entre 0,3 et 0,6 environ.

Or les milieux fibreux sont essentiellement caractérisés par des porosités supérieures et pouvant approcher 100 % à quelques unités près. Il est évident que, pour de telles porosités le cheminement des filets fluides est sensiblement rectiligne, c'est-à-dire que

devient très proche de l'unité. (Nous avons rassemblé en annexe 2 un certain nombre de remarques relatives à ce concept de tortuosité aisément critiquable).

D'après l'équation (27) ceci voudrait dire que h_K deviendrait alors de l'ordre de 2γ , c'est-à-dire de 2 à 2,2.

Or l'expérience prouve qu'il n'en est rien, bien au contraire : des essais effectués sur de tels milieux permettent, connaissant les surfaces spécifiques et les porosités, d'en déduire les valeurs de h_K , que l'on trouve toujours très nettement supérieures à 5.

Il n'est donc plus alors possible de parler du modèle de Kozeny qui n'est visiblement plus applicable, mais d'une extension empirique de ce modèle

aux milieux fibreux.

On a donc été amené à définir une "constante" (sic) de Kozeny, fonction décroissante de la porosité. DAVIES [18] d'une part, INGMANSON [29] d'autre part, ont proposé :

$$h_K = \beta \cdot \epsilon^3 \cdot (1-\epsilon)^{-1/2} \cdot [1 + \delta \cdot (1-\epsilon)^3] \quad (15)$$

avec, d'après DAVIES $\beta = 4$ et $\delta = 56$, tandis que INGMANSON propose $\beta = 3,5$ et $\delta = 57$.

Ces valeurs de h_K sont traduites sur la figure 73. Nous avons arbitrairement prolongé ces courbes vers les valeurs classiques 4,5 et 5.

La "constante" de Kozeny peut donc atteindre des valeurs très élevées. Dans notre cas cependant, où les valeurs moyennes de la porosité restent inférieures à environ 0,80, les valeurs de h_K calculé varient au plus de 5,1 à 6,3, c'est-à-dire restent relativement constantes et peu différentes de la valeur classique.

Sachant que les surfaces spécifiques des nylons G et H sont respectivement 919 et 899 cm^2/cm^3 , on peut calculer les valeurs de $\bar{\alpha}$ à partir de l'équation (13), pour diverses valeurs de ϵ .

En se basant sur les valeurs de ϵ vs p_g données par la figure 72 on peut ainsi tracer la figure 74 où sont reproduites, à côté des courbes tirées des figures 70 et 71, les valeurs calculées par Kozeny - Carman.

L'accord peut être considéré comme bon.

2442 - Le modèle statistique de Piekaar - Clarenburg

La structure réelle complexe d'un milieu fibreux a fait l'objet de nombreuses études statistiques, et en particulier celles menées en commun par CLARENBURG, PIEKAAR et WERNER [13] [14] [15] [43] [44] [85], s'appuyant sur des études mathématiques de MILES [39] [40].

L'hypothèse de base de ces études est que les fibres sont disposées au hasard, mais dans un plan perpendiculaire à la direction générale de l'écoulement. Les fibres sont supposées toutes identiques en diamètres (valeur moyenne en surface) et longueurs, et parfaitement rectilignes. Les fibres que nous avons utilisées se rapprochent bien plus de ces hypothèses que les fibres des tampons fibreux industriels.

Le diamètre moyen sera désigné par d et la longueur par L . On supposera que toute couche d'épaisseur $2d$ sera représentative de l'ensemble du milieu, cette hypothèse cessant manifestement d'être valable pour les porosités supérieures à 0,94 environ.

Enfin le filtre est considéré comme formé d'un ensemble de pores cylindriques au travers desquels l'écoulement sera régi par des lois du type Poiseuille.

Dans un premier temps, assimilons les fibres à des segments de droites de même longueur que l'on trace dans un plan à partir d'une table de nombres au hasard, et jusqu'à réalisation d'une certaine densité de lignes (N lignes par unité de surface L^2). PIEKAAR [43] a calculé le nombre de polygones formés par l'intersection de ces lignes :

$$n_p = \frac{2.N.(N-1).P - 2 N}{\bar{n}_s}$$

où P est la probabilité d'intersection de 2 lignes (que l'on démontre être égale à $2/\pi$ pour les lignes dont le centre se trouve dans un carré de côté L) et $\bar{n}_s$ le nombre moyen de sommets d'un polygone. En faisant des mesures systématiques sur tous les polygones, on trouve que $\bar{n}_s = 4$, résultat mathématiquement démontré par ailleurs par MILES [39] [40] et GOUDSMIT [21].

On a donc finalement

$$n_p = \frac{N.(N-1)}{\pi} - \frac{N}{2} \quad (28)$$

En planimétrant les surfaces de tous les polygones, et ceci pour diverses valeurs de N, PIEKAAR a montré que la loi de distribution de ces surfaces est logarithmique normale, l'écart type étant indépendant de la densité N des lignes.

La même propriété remarquable s'applique aux diamètres hydrauliques des pores, définis comme 4 fois le rapport de la surface d'un pore à son périmètre.

MILES [39] ayant démontré que la loi de distribution d'un système de lignes épaisses était la même que celle d'un système de lignes mathématiques on en déduit que l'on pourra appliquer aux pores d'un milieu réel les conclusions précédentes. Seul le nombre total de pores est réduit par disparition des petits polygones.

CLARENBURG [14] suppose que l'écoulement s'effectue dans des pores cylindriques dont le diamètre est le diamètre hydraulique d_H tel que nous l'avons défini ci-dessus.

On sait que l'aire équivalente d'un pore, basée sur le diamètre hydraulique ($\frac{\pi.d_H^2}{4}$) est toujours inférieure à l'aire réelle du pore (ou égale si le pore réel est à section circulaire, ce qui ne peut être le cas dans ce modèle).

En mesurant la surface et le périmètre de chacun des polygones on calcule les diamètres hydrauliques successifs. En se basant sur le fait que la distribution des surfaces hydrauliques est logarithmique normale et indépendante de la densité des fibres on en déduit que le diamètre hydraulique moyen des pores est :

$$d_H = 0,685 \frac{L}{\sqrt{n_p}} \quad (29)$$

On connaît la longueur L des fibres et on peut calculer n_p d'après l'équation (28), si on connaît la densité de fibres du milieu.

Si ce dernier a une porosité n'excédant pas 0,94 on pourra écrire que, dans une couche d'épaisseur 2d et de surface L^2 contenant N fibres, la porosité (mesurable) est donnée par

$$\epsilon = 1 - \frac{N \cdot \frac{\pi.d^2}{4} \cdot L}{2.d.L^2}$$

$$\text{soit} \quad N = \frac{8}{\pi} \cdot (1-\epsilon) \cdot \frac{L}{d} \quad (30)$$

Les résultats peuvent alors être appliqués à la détermination de la perte de charge dans un milieu poreux.

Le principe de calcul, exposé par CLARENBURG [14], est, en première approximation, identique à celui utilisé pour l'écriture de la loi de Kozeny, ce qui fait apparaître, compte tenu de l'inclinaison des pores et de leur section d'entrée différente de la section droite, un terme en T^2 (T = tortuosité définie sous sa forme la plus simple comme indiqué à l'annexe 2).

Cependant, les pores étant supposés à section purement circulaire, le facteur de circularité γ est ici égal à l'unité.

On aboutit ainsi à la loi des pertes de charge :

$$\frac{\Delta P}{Z} = 11,4 \cdot \eta \cdot \frac{u_m}{\epsilon} \cdot \frac{n_p}{L^2} \cdot T^2 \quad (31)$$

Z étant l'épaisseur du tampon fibreux et u_m la vitesse d'approche. En écrivant l'équation classique de filtration sous une forme analogue :

$$\frac{\Delta P}{Z} = \eta \cdot u_m \cdot \alpha \cdot (1-\epsilon) \cdot \rho_s \quad (32)$$

et en comparant les équations (31) et (32), on a

$$\alpha = \frac{11,4}{\epsilon \cdot (1-\epsilon) \cdot \rho_s} \cdot \frac{n_p}{L^2} \cdot T^2 \quad (33)$$

Le facteur de tortuosité T , déterminé par un écoulement laminaire de gaz par PIEKAAR [44] a été trouvé :

$$T = \sqrt{1 + \frac{(1,144 \cdot \epsilon^{-1/2} - 1)^2 L/d}{(1-\epsilon) [49,9(1-\epsilon) \frac{L}{d} - 22,7]}} \quad (34)$$

En remplaçant dans (33) n_p par sa valeur donnée par (28) avec N tiré de (30) et en y portant la valeur de T^2 (34), on aboutit finalement à

$$\alpha = \frac{(1-\epsilon) \cdot [232 \cdot (1-\epsilon) \frac{L}{d} - 106] + (2,47 \cdot \epsilon^{-1/2} - 2,16)^2 \frac{L}{d}}{\epsilon \cdot (1-\epsilon) \cdot \rho_s \cdot L \cdot d} \quad (35)$$

Le tableau de la figure 75 donne, pour la fibre G, les valeurs calculées de T calculé par (34) et de α calculé par (35) pour des porosités comprises entre 0,66 et 0,72.

Les valeurs de $\bar{\alpha}$ sont manifestement beaucoup trop faibles, dans le rapport de 1 à 7 ou 8.

En se basant sur les résultats de CORTE [16] on peut apporter une amélioration à la théorie précédente pour tenir compte de la présence obligatoire de défauts dans le milieu, sous la forme d'un nombre restreint d'orifices anormalement gros. Ces pores, non prévus par la théorie élémentaire, peuvent accroître sensiblement le débit du filtre. Cette correction n'interviendrait cependant que pour des milieux dont le diamètre hydraulique moyen des pores serait inférieur à 4 microns environ. Pour les fibres G ce diamètre est de l'ordre de 85 microns, et pour les fibres H de 105 microns. Cette correction n'est donc pas applicable dans le cas présent, et se traduirait d'ailleurs par une résistance spécifique encore plus faible.

Il faut cependant noter que l'hypothèse de départ de cette étude est la coplanéité des fibres, ce qui est manifestement inexact : si cette hypothèse correspondait à la réalité la compressibilité d'un milieu fibreux serait très faible puisque provenant du seul écrasement des fibres et non de l'ensemble du gâteau.

De plus cette théorie conduit à des valeurs de la tortuosité (qui, rappelons-le, est définie de façon simple comme un rapport de longueurs) et à un sens de variation de cette tortuosité avec la porosité, qui nous semblent difficilement concevables.

Ces remarques sont développées à l'annexe 2.

Notons enfin qu'il est assez logique que les matériaux que nous avons testés correspondent assez mal au domaine d'application des théories ci-dessus. En effet, pour les fibres G et H le rapport longueur sur diamètre est tel que le nombre n_p de polygones sera toujours très réduit (il peut même être inférieur à l'unité si $N < 3,5$). Il est assez logique que, dans ces conditions, l'application de lois statistiques ne puisse conduire à des résultats très significatifs.

2443 - Autres modèles

Parmi les nombreuses études sur ces problèmes, nous citerons les travaux de CHEN [12] qui a comparé la traînée d'une fibre isolée et la traînée de la même fibre disposée au coeur d'un matelas fibreux de porosité moyenne.

Il en conclut que les interactions entre fibres sont importantes et que la perte de charge au travers d'un tampon fibreux dépend non seulement de la porosité, mais aussi de la position relative des fibres dans le lit.

Il est possible que pour les très fortes porosités, où les fibres sont assez fortement éloignées les unes des autres, l'application de la théorie de la traînée d'une fibre isolée conduise à de meilleurs résultats.

Plus récemment KYAN [30] a imaginé que les pertes de charge relativement importante notées dans les tampons fibreux sont dues d'une part à la présence de volumes morts importants au croisement des fibres (ne participant donc pas à l'écoulement et non mesurables par une simple détermination de la porosité globale) et d'autre part à l'existence de trois types de pertes d'énergie par unité de masse :

- une chute de pression visqueuse
- un terme correspondant à la traînée du fluide s'écoulant autour des fibres
- un terme correspondant à la flexion des fibres sous l'action de ces forces de traînée.

Ce terme de flexion va dépendre de l'élasticité propre des fibres, si bien que la perte de charge dépendrait non seulement des dimensions des fibres et de leur disposition, mais aussi de leurs caractéristiques internes, ce qui ne nous semble pas concevable. De plus si, pendant la mise en régime (du débit nul au débit normal) un certain travail est absorbé par la déformation des fibres (force $\times$ déformation), cette déformation reste ensuite constante c'est-à-dire que le travail de la force de traînée est alors nul et le reste.

2444 - Conclusion

La conclusion de cet examen de quelques-unes des théories applicables aux gâteaux fibreux est donc que, une fois de plus, et au moins pour les matériaux que nous avons testés, le très simple modèle de Kozeny permet d'obtenir mieux que des ordres de grandeur des résistances spécifiques. Il est toutefois nécessaire de choisir une valeur de la constante h_K qui soit fonction de la porosité du milieu.

245 - RESULTATS ET CONCLUSIONS DES MESURES SUR FIBRES DE NYLON

- Les gâteaux fibreux sont très compressibles, cette compressibilité croissant avec la longueur des fibres.

- Les gâteaux fibreux ont, pour des porosités du même ordre de grandeur que celles des kieselguhrs, des perméabilités bien plus élevées. Il est donc probable, comme on pouvait le prévoir, que la porosité des kieselguhrs effectivement ouverte à l'écoulement est nettement plus réduite que la porosité globale ; il en est de même de la surface spécifique.

- Pour les deux types de fibres testées il semble que le régime laminaire soit conservé, à la précision des mesures près, pour des valeurs du critère de Reynolds supérieures à la valeur limite habituellement admise pour les milieux poreux.

- La loi de Kozeny - Carman permet de prévoir avec une précision acceptable la résistance spécifique de ces gâteaux, à condition de tenir compte d'une valeur de h_K fonction croissante de la porosité. C'est-à-dire que ce modèle, pris sous sa forme simple, n'est plus applicable aux milieux fibreux.

25 - LES ESSAIS SUR SUSPENSIONS DE MICROBILLES

Nous évoquerons simplement ici les essais sur microbilles de polystyrène sulfoné superficiellement (les essais sur microbilles de verre ou de polystyrène sulfoné à cœur sont examinés en annexe 1).

Les calculs de $\bar{\alpha}$ ont été effectués en mesurant la pente initiale de $(t-t_0)/(V-V_0)$ vs $V-V_0$ avec $V_0 \sim 10^3 \text{ cm}^3$, t_0 étant le temps correspondant. Pour les essais sous faibles pressions le tracé montre une deuxième pente, un peu supérieure à la première, et que nous avons attribué à la sédimentation. Pour les essais sous fortes pressions ces deux pentes sont pratiquement confondues, probablement en raison des vitesses importantes de la suspension.

D'une façon générale ces essais appellent peu de remarques.

Les gâteaux obtenus sont pratiquement incompressibles, dans la limite des pressions utilisées.

251 - ESSAIS SUR MICROBILLES PURES

La figure 76 traduit une de ces séries de résultats expérimentaux. On peut aisément vérifier la très faible compressibilité du gâteau, au moins dans la limite des pressions étudiées : en effet le produit de la pente des droites initiales par ΔP reste constant et de l'ordre de 1,81 à $\pm 3 \%$ près.

Par ailleurs la résistance spécifique calculée à partir de la loi

de Kozeny - Carman est en très bon accord avec les valeurs expérimentales (la valeur de a_g est prise égale à $6/d_g$, d_g étant la moyenne en surface déduite de l'histogramme).

Il faut cependant noter que la porosité, mesurée d'après les hauteurs de gâteau, est relativement importante (même en tenant compte des seules valeurs initiales, la sédimentation faussant ensuite les mesures) : de 0,39 à 0,42 environ alors que l'on devrait trouver de 0,36 à 0,39. Ces essais ayant été effectués sur la cellule filtrante d'origine, il se peut qu'un décalage systématique de l'échelle des hauteurs ait entraîné un décalage des porosités.

Les mesures de porosités étant assez imprécises, les valeurs de $\bar{\alpha}$ déduites de la relation de Kozeny le seront également : quand ϵ varie de 0,37 à 0,40, la quantité $(1-\epsilon)/\epsilon^3$ diminue de 25 % environ. Il est évident que la détermination ou le choix d'une valeur exacte de la constante de Kozeny n'a pas alors grande importance dans la mesure où on maintient h_K de l'ordre de 4,5 à 5.

Compte tenu de ces imprécisions, l'une ou l'autre des pentes des droites t/V vs V peuvent aussi être interprétées par la loi de Kozeny.

252 - ESSAIS SUR MELANGES

Divers essais ont également été effectués sur des mélanges de particules sphériques. Les résistances spécifiques mesurées peuvent, ici encore, être correctement prévues à partir de l'équation de Kozeny, la surface spécifique du mélange étant donnée en fonction du titre volumique y et des surfaces spécifiques de chacun des constituants par

$$a_g = y \cdot a_{g1} + (1-y) \cdot a_{g2}$$

la porosité étant mesurée à partir des hauteurs de gâteaux.

Les figures 77 et 78 donnent les variations de la résistance spécifique et de la porosité en fonction du titre volumique en microbilles de gros diamètre, pour un mélange de microbilles de 163 et 67 microns, ces valeurs étant, comme toujours, des diamètres moyens en surface. La résistance spécifique d'un autre mélange (135 et 93 microns) est donnée par la figure 79.

Les figures 80 et 81 traduisent la variation de la grandeur d'écart des perméabilités $E = \frac{B - B_1}{B_1 - B_2}$ vs y , pour ces deux mélanges, B_1 et B_2 étant les perméabilités des petites et grosses sphères.

On peut noter que les courbes de la figure 78, bien que traduisant des porosités trop importantes, correspondent (qualitativement) très bien aux résultats de FURNAS [19] sur les porosités des mélanges binaires, ainsi qu'à l'interprétation théorique qu'en a récemment donné BEN AIM [3].

La figure 80 met également en évidence un phénomène évoqué et démontré pour la première fois par BEN AIM [4] : une diminution de la perméabilité lorsque l'on commence à incorporer quelques "grosses" particules dans un lit de petites. Chaque grosse particule perturbe en effet la disposition des petites particules avoisinantes et, par "effet de paroi" accroît la porosité locale donc la perméabilité. Mais chaque grosse particule ayant une porosité nulle il était a priori impossible de savoir si la résultante des deux effets serait une diminution ou un accroissement de perméabilité. Dans le cas présent, où les dimensions des particules sont relativement peu éloignées ($\phi_2/\phi_1 = 0,41$), la diminution est faible, mais manifeste.

253 - CONCLUSION

Nous avons précédemment signalé que, dans le cas des mélanges de kieselguhrs, la perméabilité était assez correctement représentée par le biais du modèle de Kozeny à ségrégation maximale (mélangeage minimal). Aucune théorie n'existant sur la perméabilité des mélanges à ségrégation minimale (mélangeage maximal) de particules de formes aussi complexes que les kieselguhrs, il nous est impossible de dire si cette seconde hypothèse de mélange n'aurait pas conduit à des résultats en aussi bon accord avec l'expérience. Cela nous paraît cependant assez peu probable, les résultats déduits de l'un ou l'autre de ces modèles pour des corps de formes simples étant très différents.

Nous pouvons donc conclure que tout se passe *comme si* les mélanges de billes correspondaient à des mélanges à ségrégation minimale, et les mélanges de kieselguhrs à des mélanges à ségrégation maximale, alors qu'en fait le mélangeage est probablement aussi complet dans l'un et l'autre cas.

26 - MELANGES DE FIBRES ET MICROBILLES

Les fibres testées correspondent aux qualités G et H définies plus haut (d commun 45,6 μ , longueurs 480 et 935 μ) ainsi qu'aux qualités K (1,5 denier, soit $d = 14 \mu$, et $L = 480 \mu$) et L ($d = 45,6 \mu$, $L = 2470 \mu$). Les billes (polystyrène sulfoné superficiellement) avaient des $\emptyset$ moyens de 40 à 160 μ .

A partir des mesures de t et V et de la connaissance de t_0 et V_0 (t_0 étant le temps à partir duquel la pression est stabilisée et V_0 le volume de filtrat correspondant), on détermine $\bar{\alpha}$ vs ΔP suivant la méthode déjà évoquée.

Les microbilles de polystyrène ayant une teinte ambrée, tandis que les fibres sont parfaitement blanches, il nous a été possible de noter, suivant les dimensions relatives des deux matériaux, les teneurs volumiques et les pressions, une homogénéité ou une hétérogénéité du gâteau. Dans ce dernier cas la couche supérieure obtenue est apparemment blanche, donc à peu près uniquement formée de fibres, la couche inférieure étant nettement teintée et contenant donc une forte proportion de microbilles incluses dans les mailles du réseau fibreux.

La toile support était une toile à mailles carrées de 34 microns d'ouverture, doublée, pour les essais sur des fibres ou billes de plus faibles diamètres, par une toile reps de nylon.

261 - MELANGE "HOMOGENE SANS MIGRATION"

L'essai principal a porté sur une suspension contenant 20 % (en volume) de fibres G et 80 % de microbilles d'un $\emptyset$ moyen 70,3 microns (figure 82).

Le gâteau formé peut être considéré comme "normal" : fibres et microbilles se déposent ensemble, les espaces polygonaux entre fibres étant trop étroits pour laisser le passage aux microbilles.

Son comportement vis-à-vis de la pression filtrante est également classique : toute augmentation de pression se traduit par une augmentation de la résistance spécifique.

2611 - Les variations de porosités (fig. 83)

La porosité a été déterminée à partir de mesures de hauteur de gâteau sur cellule et contrôlée par des essais sur C.C.P.. La correspondance entre ces deux séries de mesures est très acceptable.

On peut également noter que l'évolution de la porosité de ce mélange, par rapport à la porosité de chacun des deux composants pris isolément, est en bon accord qualitatif avec les résultats prévus par BEN AIM [4].

26111 - Cas des "grosses" fibres ($d/\varnothing > 0,152$)

On sait que le diamètre maximal d'un cylindre pouvant se glisser dans le rétreint formé par 3 sphères tangentes est égal à 0,152 fois le diamètre des sphères.

Dans le cas présent, où ce rapport $d/\varnothing$ vaut 0,65, on constate, comme l'a montré BEN AIM, que la porosité du mélange est supérieure à la porosité d'un lit de billes pures.

Une vérification qualitative de cette théorie a été effectuée lors d'une autre série d'essais sur un mélange de microbilles de diamètre $d = 82$ microns et de fibres K ($d = 14$ microns, $L = 480$ microns). Les résultats sont reportés sur la figure 84. La validité de la théorie de BEN AIM est cependant limitée aux faibles teneurs du lit en fibres pour que leur action réciproque soit négligeable.

Il semble que dans le cas où $d/\varnothing$ est supérieur à 0,152 l'effet produit par les fibres sur la porosité du mélange soit sensiblement indépendant de la rigidité des fibres.

26112 - Cas des "petites" fibres ($d/\varnothing < 0,152$)

Dans ce cas la rigidité des fibres va avoir son importance.

En effet, si les fibres sont infiniment souples elles viendront se glisser dans les rétreints entre les billes, dont elles ne modifieront donc pas l'arrangement : la présence des fibres dans le mélange ne peut que faire baisser la porosité du gâteau.

Au contraire, si les fibres sont infiniment rigides (ce qui est l'hypothèse faite par BEN AIM) elles vont gêner l'arrangement normal des billes et la porosité du gâteau sera accrue.

Il est normal que, en pratique, la rigidité des fibres n'étant ni nulle ni infinie, les résultats expérimentaux soient compris entre les valeurs déduites de ces deux hypothèses.

C'est ce que l'on peut noter sur la figure 85 où sont reportés les résultats correspondant à un mélange de fibres K et de microbilles de diamètre 159 microns ($d/\varnothing = 0,088$). Nous avons tracé sur ce graphique la pente à l'origine que devrait présenter la courbe de ce mélange filtré sous une pression de 0,294 bar, si les fibres avaient une rigidité infinie, pente dont la valeur est déduite de la théorie de BEN AIM.

Pour une rigidité nulle (pas d'action des fibres sur les positions relatives des billes) on montrerait aisément que, partant d'un lit de billes de porosité ϵ_0 , l'addition de y % de fibres se traduit par une nouvelle porosité $\epsilon = \frac{\epsilon_0 - y}{1 - y}$ (toujours pour y assez faible). La pente à l'origine de la

courbe ϵ vs y serait donc $\left(\frac{d\epsilon}{dy}\right)_{y=0} = \epsilon_0 - 1$. Cette valeur a également été reportée sur la figure 85.

La pente réelle à l'origine est effectivement comprise entre ces deux limites.

2612 - Application du modèle de Kozeny

Compte tenu des résultats relativement bons que nous avons précédemment obtenus en appliquant la relation de Kozeny - Carman à divers corps purs, nous avons vérifié si son application pouvait être encore envisagée pour un mélange fibres-billes.

Considérons par exemple le mélange fibres G + billes 70,3 μ , les teneurs volumiques respectives des deux constituants étant 20 et 80 %. La porosité variant relativement peu et gardant des valeurs moyennes, nous adopterons $h_K = 4,5$. La surface spécifique et la masse volumique du mélange sont de simples combinaisons linéaires des surfaces spécifiques et masses volumiques des constituants élémentaires.

La courbe des valeurs de $\bar{\alpha}$ calculées à partir de ces données est reproduite sur la figure 86, avec les valeurs expérimentales. L'accord est satisfaisant, bien qu'il ne soit pas possible d'y attacher trop d'importance. En adoptant par exemple pour h_K la valeur 5 au lieu de 4,5, la courbe de Kozeny aurait été assez éloignée des points expérimentaux.

262 - MELANGE "HOMOGENE A MIGRATION FRANCHE"

Nous désignerons ainsi un mélange donnant naissance à un gâteau apparemment homogène sur toute sa hauteur, mais dans lequel les dimensions des pores entre fibres sont telles qu'elles permettent un libre déplacement des microsphères, quelles que soient les pressions testées (migration franche). Par ailleurs le pourcentage de microsphères est assez important pour que tout le gâteau en contienne apparemment la même proportion.

Les essais ont été réalisés à partir d'un mélange de 20 % de fibres H et de 80 % de microbilles d'un $\emptyset$ moyen 47,5 microns.

Les résultats sont traduits sur la figure 87.

Le comportement apparent du gâteau au point de vue compressibilité est normal.

Les mesures de hauteur donnent, pour les quatre pressions étudiées (une rupture de baudruche n'ayant pas permis les essais à des pressions supérieures à 0,5 bar), des porosités successives de 0,46 - 0,48 - 0,46 - 0,45, donc définies de façon douteuses.

En admettant une valeur moyenne de 0,46, le volume moyen de matières est de 54 %, c'est-à-dire, compte tenu des teneurs volumiques de 20 et 80 %, que les gâteaux sont approximativement formés d'un matelas fibreux pour 11 % et de billes pour 43 %. La porosité du tampon fibreux considéré seul est donc de l'ordre de 89 %, ce qui est un chiffre raisonnable, la présence des microbilles ne pouvant qu'accroître la porosité par rapport aux fibres déposées seules.

L'existence d'une migration franche des microbilles montre également que les pores polygonaux entre les fibres ont des largeurs de passage supérieures aux diamètres des billes.

En se basant sur la théorie de Piekhaar - Clarenburg précédemment résumée, on peut écrire que le diamètre hydraulique des pores est donné par :

$$d_H = 0,685 \cdot L/\sqrt{n_p} \quad (29)$$

le nombre de polygones n_p étant donné par l'équation (28) en fonction de la densité N de fibres, elle-même donnée par l'équation (30) en fonction de la porosité du tampon fibreux.

En admettant, comme nous venons de le voir, une porosité du tampon fibreux de 0,89, on en déduit $d_H = 260 \mu$: les microbilles passent aisément dans ces pores. Cependant, comme nous l'avons indiqué au paragraphe 2442, la validité de ce diamètre hydraulique peut être mise en doute *dans le cas des fibres que nous avons testées.*

Application de la loi de Kozeny-Carman.

Il est enfin possible de vérifier la validité de l'équation de Kozeny dans le cas de ce mélange.

En adoptant pour h_K la valeur 4,5, pour la surface spécifique et la masse volumique les combinaisons linéaires des caractéristiques de chacun des composants (soit $a_g = 1190 \text{ cm}^2/\text{cm}^3$ et $\rho_s = 1,08 \text{ g/cm}^3$) et pour ϵ la valeur approchée 0,46, on en déduit $\bar{\alpha} = 32.10^6 \text{ cm/g}$, qui est en bon accord avec la valeur moyenne $33,5.10^6$ effectivement mesurée.

263 - MELANGE "HETEROGENE A MIGRATION FRANCHE"

L'essai a été effectué sur un mélange de 50 % de fibres H et de 50 % de microbilles d'un diamètre moyen de 39,6 microns.

2631 - Résultats expérimentaux

Nous avons affaire à un gâteau formé de 2 couches différentes : une couche inférieure riche en microbilles et une couche supérieure qui n'en contient que très peu.

Malgré son apparence le phénomène est le même que précédemment : les dimensions des polygones entre fibres sont suffisamment grandes pour que les microbilles n'y soient pas bloquées et cheminent jusqu'au support contre lequel elles viennent s'accumuler, ceci quelle que soit la pression de filtration.

Mais cette fois le pourcentage volumique en microbilles est plus petit (50 %), si bien que la totalité des pores ne peut être comblée par les microbilles.

Les résultats des mesures de $\bar{\alpha}$ sont reproduits sur la figure 88, les mesures des porosités globales $\bar{\epsilon}$ sur la figure 89. Nous avons également tracé sur la figure 90 les variations de X' , hauteur relative de la couche inférieure dense par rapport à la hauteur totale. L'expérience prouve que, pour les divers essais, ce rapport reste sensiblement constant du début à la fin de l'essai.

2632 - Interprétation et discussion

26321 - Hauteur de la couche dense

L'accroissement progressif de X' en fonction de ΔP

est aisément concevable : si la pression de filtration est accrue, la texture fibreuse se tasse, si bien que les microsphères qui sont très peu compressibles vont occuper un volume relatif de plus en plus important.

26322 - Porosité de la structure fibreuse

Les billes ayant des diamètres nettement inférieurs aux dimensions des pores du milieu fibreux, on peut admettre que la structure fibreuse est, en moyenne, sensiblement identique en tout point du gâteau, que l'on considère la couche inférieure ou la couche supérieure. Ce raisonnement n'est évidemment qu'approché en raison de l'existence du gradient de pression existant dans le gâteau.

Désignons par ϵ_F la porosité du milieu fibreux seul, c'est-à-dire abstraction faite des billes. Dans un gâteau de volume global V le volume de vide $V.\bar{\epsilon}$ ($\bar{\epsilon}$ étant la porosité moyenne vraie) correspond au vide laissé par les fibres, soit $V.\epsilon_F$, diminué du volume occupé par les billes, soit $V.(1-\bar{\epsilon}).y$ en désignant par y la teneur volumique de la suspension (donc du gâteau) en billes.

$$\text{On a ainsi } V.\bar{\epsilon} = V.\epsilon_F - V.(1-\bar{\epsilon}).y$$

$$\text{soit } \epsilon_F = \bar{\epsilon} + (1-\bar{\epsilon}).y \quad (36)$$

Dans le cas présent, où $y = 0,5$, nous aurons donc

$$\epsilon_F = 0,5 (1+\bar{\epsilon})$$

En se basant sur la courbe moyenne de la figure 89 on peut donc tracer la courbe de ϵ_F vs ΔP , qui est reproduite sur la figure 91 avec la courbe de porosité extraite de la figure 72 et établie pour un lit de fibres pures.

Comme on pouvait s'y attendre on constate :

- que cette structure est plus lâche que celle d'un lit de fibres déposées seules,

- que la compressibilité est moindre en raison des "chevilles" matérialisées par les microbilles qui restent coincées entre les fibres.

26323 - Porosité de la couche dense

Le pourcentage relatif billes coincées/billes libres est malheureusement inconnu. Nous supposerons, bien que ce ne soit qu'une approximation, que le pourcentage de billes coincées est négligeable, c'est-à-dire que toutes les billes se retrouvent dans la couche inférieure.

Considérons le schéma de la figure 92, où toute la matière de chacun des deux constituants a été rassemblée en blocs pleins et indépendants.

La structure fibreuse étant supposée identique en tout point, la couche inférieure contient un volume $V.(1-\epsilon_F).X'$ de fibres.

En désignant par $\bar{\epsilon}$ la porosité globale moyenne, le volume de solide, soit $V.(1-\bar{\epsilon})$, se répartit en $V.(1-\bar{\epsilon}).(1-y)$ de fibres et $V.(1-\bar{\epsilon}).y$ de billes.

La couche inférieure dense va donc contenir un volume de solide

$$V.(1-\epsilon_f) X' + V.(1-\bar{\epsilon}).y$$

soit, en remplaçant ϵ_f par sa valeur $\bar{\epsilon} + (1-\bar{\epsilon}).y$ donnée par (36) :

$$V.(1-\bar{\epsilon})[X' + y.(1-X')]$$

Le volume global de la couche inférieure étant $V.X$, la porosité correspondante sera donc

$$\epsilon_1 = \frac{V.X' - V.(1-\bar{\epsilon})[X' + y.(1-X')]}{V.X'}$$

$$\text{soit } \epsilon_1 = 1 - (1-\bar{\epsilon})(1+y.\frac{1-X'}{X'}) \quad (37)$$

ϵ_1 coïncide évidemment avec $\bar{\epsilon}$ si $X' = 1$

Si on désigne par P le pourcentage de billes bloquées (que nous avons négligé dans le calcul ci-dessus), on verrait aisément (voir figure 92) que le terme y de l'équation (37) sera simplement remplacé par $y.(1-P)$.

Appliquons cette relation (37) au mélange testé. On trouve alors que ϵ_1 vs ΔP décroît légèrement de 0,27 à 0,24, puis croît jusqu'à 0,26.

Cette variation avec minimum est difficilement concevable, mais ce qui l'est encore moins c'est la valeur moyenne de la porosité. On sait en effet que, pour un mélange fibres-billes dont le rapport des diamètres est supérieur à 0,15, les fibres écartent assez fortement les billes, la porosité étant accrue par rapport à celle des billes pures. Les valeurs de ϵ_1 devraient donc être supérieures à 0,40.

Le fait d'avoir négligé le pourcentage P de billes bloquées ne peut expliquer cet écart : il faudrait en effet faire appel à des valeurs de P de l'ordre de 0,5 pour que ϵ_1 atteigne ou dépasse légèrement 0,4.

Les erreurs sur X' et y ne peuvent non plus intervenir compte tenu de la précision avec laquelle ils sont connus.

Il n'en est pas de même pour $\bar{\epsilon}$ et l'influence de ce terme sur la valeur de ϵ_1 est très grande : par exemple, pour $\Delta P = 0,8.10^6$ baryes, nous avons pris $\bar{\epsilon} = 0,65$, ce qui conduit avec $X' = 0,3$ et $y = 0,5$ à $\epsilon_1 = 0,25$. Or si ϵ_1 passe de 0,65 à 0,75 (+ 15 %) ϵ_1 passe de 0,25 à 0,45 (+ 80 %), ce qui est une porosité déjà plus admissible.

Or, comme nous l'avons noté précédemment, une erreur sensible sur $\bar{\epsilon}$ est très facilement concevable en raison de la masse variable de particules qui se dépose au-dessus du robinet à tournant, dans la canalisation de liaison entre cellule et réservoir sphérique de suspension.

Une détermination exacte de ϵ_1 nécessiterait la réalisation d'une cellule fendue, telle que le gâteau puisse être récupéré en fin d'essai afin d'analyser successivement les teneurs des couches inférieures et supérieures en fibres et microbilles.

26324 - Application de la loi de Kozeny - Carman

Une autre confirmation de ce défaut dans la mesure de $\bar{\epsilon}$ est obtenue si on cherche à appliquer à ce gâteau la loi de Kozeny - Carman. Nous avons en effet vu que l'application de ce modèle conduisait, non à des valeurs exactes, mais au moins à de très bons ordres de grandeur.

Nous disposons en effet de 2 résistances en série et la résistance de l'ensemble sera $R = R_1 + R_2$, soit, d'après la définition de α :

$$\bar{\alpha} \cdot \frac{M}{\Omega} = \alpha_1 \cdot \frac{M_1}{\Omega} + \alpha_2 \cdot \frac{M_2}{\Omega}$$

les indices 1 et 2 désignant respectivement les couches supérieures et inférieures.

Sachant que $M = M_1 + M_2$

et que $M_1 = \Omega \cdot Z \cdot (1-X') \cdot (1-\epsilon_F) \rho_F$

$M_2 = \Omega \cdot Z \cdot X' \cdot (1-\epsilon_i) \rho_i$

on aura
$$\bar{\alpha} = \frac{\alpha_1 \cdot (1-X') \cdot (1-\epsilon_F) \cdot \rho_F + \alpha_2 \cdot X' \cdot (1-\epsilon_i) \cdot \rho_i}{(1-X') \cdot (1-\epsilon_F) \cdot \rho_F + X' \cdot (1-\epsilon_i) \cdot \rho_i}$$

On vérifierait aisément que la masse volumique moyenne ρ_i de la couche inférieure est

$$\rho_i = \frac{(1-\epsilon_F) \cdot X' \cdot \rho_F + (1-\bar{\epsilon}) \cdot y \cdot \rho_B}{X' \cdot (1-\epsilon_i)}$$

ρ_F et ρ_B désignant les masses volumiques des fibres et des billes.

- Si on admet alors $y = 0,5$ - $X' = 0,3$ - $\rho_F = 1,14 \text{ g/cm}^3$ - $\rho_B = 1,06 \text{ g/cm}^3$ - $\bar{\epsilon} = 0,65$ - $\epsilon_i = 0,25$ - $\epsilon_F = 0,825$, on en déduit, par application de la loi de Kozeny : $\alpha_2 = 3,74 \cdot 10^8 \text{ cm/g}$.

Sachant que $\alpha_1 = 2,67 \cdot 10^6$ on calcule alors

$$\bar{\alpha} = 2,4 \cdot 10^8 \text{ cm/g} \quad \text{au lieu des } 0,35 \cdot 10^8$$

donnés par l'expérience.

La concordance est donc très mauvaise.

- Si on admet par contre $\bar{\epsilon} = 0,75$ (au lieu de 0,65), ce qui conduit à la valeur a priori concevable $\epsilon_i = 0,45$ et à $\epsilon_F = 0,875$, on obtient cette fois $\alpha_2 = 0,52 \cdot 10^8 \text{ cm/g}$

$$\text{et} \quad \bar{\alpha} = 0,34 \cdot 10^8$$

C'est évidemment une coïncidence que la valeur arbitraire $\bar{\epsilon} = 0,75$ conduise à un $\bar{\alpha}$ calculé si proche du $\bar{\alpha}$ réel, mais notre but était surtout de montrer l'importance de la connaissance précise de ce terme et la grande probabilité de l'erreur commise sur sa mesure.

264 - MELANGE "HETEROGENE A MIGRATION LIMITEE"

Au paragraphe 262 nous avons étudié un mélange de 20 % de fibres H et de 80 % de microbilles d'un diamètre moyen 47,5 microns.

La forte proportion de billes se traduisait, malgré la migration, par un gâteau apparemment homogène, et compressible suivant l'allure habituelle du diagramme $\bar{\alpha}$ vs ΔP .

La nouvelle série d'essais présentée ici a cette fois été effectuée avec les mêmes matériaux, mais avec une composition différente : 50 % de fibres et 50 % de billes. Le volume de billes à chaque instant est insuffisant pour remplir tout l'espace laissé libre entre les fibres, ce qui se traduit

par un gâteau hétérogène.

Le résultat des mesures est reproduit sur les figures 94 et 95. On observe une décroissance de la résistance spécifique avec la pression, ce qui est a priori paradoxal. C'est d'ailleurs, à notre connaissance, la première fois qu'un tel phénomène est signalé.

L'explication en est cependant simple.

Nous avons déjà observé une migration franche lors d'essais sur un mélange de fibres H et de microbilles de $\emptyset$ 39,6 microns. Nous savons alors que le diamètre des pores du milieu fibreux était nettement plus grand que le diamètre des billes.

Dès cet essai on remarquait déjà une légère croissance de X' avec la pression, X' désignant le rapport de la hauteur de la couche dense inférieure à la hauteur totale du gâteau.

En effet quand la pression croît, la structure fibreuse se tasse et les dimensions des pores entre fibres diminuent : chaque couche de fibres pourra donc contenir moins de microbilles et la hauteur relative X' de la couche dense va aller en croissant.

Le phénomène se trouvera évidemment amplifié ici dans le cas des billes de 47,5 microns, ce diamètre étant de 20 % supérieur à celui des billes de l'essai précédent.

Dans ce cas les variations de X' avec la pression sont nettement plus sensibles puisque l'on passe de 26 à 39 % comme le montre la figure 95, ce qui veut dire que, au fur et à mesure de l'accroissement de pression d'un essai à un autre, la concentration moyenne de billes dans la couche inférieure diminue. La porosité variant en sens inverse de cette concentration va donc croître et la résistance spécifique moyenne diminuer.

Malheureusement, ici encore les mesures de $\bar{\epsilon}$ sont entachées d'erreurs, comme nous l'avons déjà noté précédemment. Les valeurs de $\bar{\epsilon}$ telles que nous les avons mesurées conduiraient en effet à des valeurs de ϵ_1 (porosité de la couche inférieure) décroissant de 0,32 à 0,10 !

Pour obtenir des résultats numériques acceptables il aurait été nécessaire que $\bar{\epsilon}$ soit de l'ordre de 0,80 à 0,75 (et non 0,70 à 0,50), ce qui se serait traduit par une légère croissance de ϵ_1 , donc une décroissance de $\bar{\alpha}$.

Comme nous l'avons indiqué précédemment l'existence d'un pourcentage P de billes coincées dans le réseau fibreux (et supposé nul dans le calcul de ϵ_1) peut améliorer légèrement les résultats. Nous avons pensé nous en assurer en nous basant sur la théorie exposée par BEN AIM [4] et relative à la porosité de mélanges binaires de particules sphériques et non sphériques.

Si nous disposions en effet d'une relation entre la porosité de l'empilement "pur", c'est-à-dire de fibres seules et la porosité ϵ_f des fibres d'un mélange après élimination des billes, il nous serait possible d'en déduire la quantité de billes restées bloquées dans le réseau fibreux, c'est-à-dire la valeur de P .

Malheureusement la théorie de BEN AIM s'applique à un cas exactement opposé au nôtre : celui d'un milieu essentiellement constitué de sphères, dans lequel on rajoute quelques particules non sphériques (en l'occurrence des fibres).

Le simple examen visuel des couches supérieures du gâteau montre cependant que leur coloration (créée par les microbilles) est très faible, c'est-à-dire que la teneur en microbilles doit également être très réduite et ne peut expliquer les valeurs anormalement basses de ϵ_1 .

Nous devons donc nous contenter de l'explication qualitative du phénomène, mais qui est partiellement confirmée par l'essai suivant.

265 - MELANGE "MIXTE (hétérogène et homogène) A MIGRATION VARIABLE"

Nous venons donc d'examiner des séries d'essais sur des mélanges équivalumes de fibres H et de billes.

- Avec des billes de 39,6 microns la migration était franche quelles que soient les pressions et la résistance spécifique $\bar{\alpha}$ augmentait avec cette pression.

- Avec des billes de 47,5 microns la migration était partiellement freinée et $\bar{\alpha}$ diminuait avec la pression.

- Il est donc probable qu'avec un $\emptyset$ intermédiaire nous aurions pu obtenir un gâteau, en moyenne "compressible" au sens géométrique du terme, mais de résistance spécifique indépendante de la pression.

- Si nous augmentions largement le diamètre des billes (vers 90 ou 100 microns par exemple) nous nous retrouverions dans un cas analogue à celui des fibres G mélangées à des particules de 70,3 microns et donnant naissance à un gâteau homogène sans migration.

Par contre, si nous nous contentons d'une augmentation du $\emptyset$ des billes telle que ce diamètre soit du même ordre de grandeur que le passage libre dans les pores polygonaux du milieu fibreux, nous pourrions observer, suivant les pressions, une succession de certains phénomènes évoqués ci-dessus.

C'est ce que nous avons réalisé avec un mélange équivolume de fibres H et de billes d'un $\emptyset$ moyen 68,7 microns.

Les résultats sont reproduits sur la figure 96 et peuvent être résumés de la façon suivante :

- Pour des pressions faibles ($\Delta P \sim 0,10$ à $0,15$ bar), conduisant à des "gros" pores polygonaux, la migration est assez franche et se traduit par un gâteau hétérogène à assez forte résistance spécifique : $\bar{\alpha}$ est de l'ordre de $4,6$ à $4,7 \cdot 10^6$ cm/g.

- Pour des pressions un peu plus élevées (environ $0,5$ bar) la migration est freinée mais non nulle. La couche inférieure dense est de plus en plus mal délimitée et, en accord avec ce qui a été noté au paragraphe 264, la résistance spécifique descend en dessous de $4,4 \cdot 10^6$ cm/g : *la résistance spécifique décroît avec ΔP .*

- Pour des pressions supérieures les pores sont plus petits que les microbilles et le gâteau redevient normalement homogène. L'augmentation de ΔP se traduit *alors par un accroissement de $\bar{\alpha}$.*

On observe donc un minimum dans la courbe $\bar{\alpha}$ vs ΔP .

On peut dire que, dans le cas présent, l'ouverture moyenne des

pores, définie comme le diamètre maximal de la sphère inscrite dans un pore polygonal, est de l'ordre de 70 microns pour $\Delta P = 0,5$ bar.

La connaissance de ce diamètre peut être intéressante pour les études de filtration sur tampons fibreux : l'écoulement d'une suspension au travers d'un tampon filtrant diversement comprimé permettrait de mesurer directement une certaine efficacité de ce filtre.

Comme l'a montré HERZIG [26] ce phénomène de blocage mécanique n'a cependant de sens que pour des particules d'un $\emptyset$ relativement grand et pratiquement supérieur à 30 microns environ. Pour des diamètres de particules plus faibles des phénomènes de surface font que le milieu pourra retenir des particules d'un $\emptyset$ très inférieur à celui des pores.

Nous pourrions enfin examiner le résultat de l'application de Kozeny Carman au mélange homogène, c'est-à-dire sous forte pression. On sait que dans ce cas la valeur de $\bar{\epsilon}$ mesurée sera probablement plus faible que la réalité, donc que le $\bar{\alpha}$ calculé sera supérieur à la valeur mesurée.

Si on considère par exemple l'essai effectué sous $\Delta P = 1,11.10^6$ baryes et pour lequel on a $\bar{\alpha} = 5,67.10^6$ cm/g ; le $\bar{\alpha}$ calculé en prenant $h_K = 4,5$, $\rho_s = 1,1$ g/cm³, $a_g = 887$ cm²/cm³ et $\bar{\epsilon} = 0,58$ (dédit des mesures de V et Z) est de $6,72.10^6$ cm/g.

L'écart entre les valeurs calculées et mesurées n'est pas anormalement élevé.

CONCLUSION

La conclusion de l'ensemble de ces essais pourrait être une lapalissade :

"les équations de filtration donnent de bons résultats, à condition d'être applicables et de savoir ce que l'on mesure".

Nous avons en effet pu noter l'influence de certains paramètres que l'on suppose trop souvent connus et constants ou parfois négligeables et qui peuvent, dans certains cas, varier sans que l'expérimentateur s'en rende compte ou y prête attention.

Parmi ces paramètres nous avons essentiellement noté :

- la pression qui, dans un essai supposé à pression constante, ne le devient parfois qu'au bout d'un temps non négligeable.
- la résistance du support, qui peut faire que la perte de charge effective au travers du gâteau soit très nettement inférieure à la pression de filtration.
- la teneur de la suspension en matières solides, dont les variations initiales peuvent influencer très fortement sur ce que l'on croit être une mesure de résistance spécifique.
- la composition de la suspension arrivant au contact du gâteau, qui peut être différente de la composition de la suspension dans le récipient de stockage.
- la sédimentation, dont quelques effets sont évoqués en annexe 1.
- la migration des fines, qui peut conduire à des variations tout à fait inhabituelles de la résistance spécifique avec la pression.

Nous avons par ailleurs montré que des essais systématiques sur une simple cellule de compression-perméabilité avec des gâteaux de masse décroissante permettaient, non seulement d'éliminer les délicates mesures de résistance à blanc, mais aussi de déterminer avec une bonne précision la résistance spécifique du gâteau sans avoir à faire d'hypothèses hasardeuses sur les frottements internes ou contre les parois.

Le dépouillement des très nombreux résultats obtenus sur la cellule de filtration et leur interprétation ont montré les inconvénients de cet appareil (malgré les nombreuses améliorations apportées au cours des ans) et surtout les techniques qu'il serait souhaitable d'envisager pour parfaire encore son utilisation.

Notre avis personnel est que les diverses études actuelles sur des problèmes extrêmes de filtration sont d'un intérêt limité et qu'il serait bien préférable de mieux préciser la conception du matériel et la technique des essais pour que les phénomènes parasites, dont certains ont été examinés ci-dessus, aient une influence vraiment négligeable.

Il est fort probable que, dans ces conditions, on cesserait de se heurter trop souvent aux résultats aberrants ou contradictoires qui forment actuellement la base de nombreuses études de filtration.

PRINCIPALES NOTATIONS ET EQUATIONS AUX DIMENSIONS

a_f, a_g	surfaces spécifiques des fibres, des particules	(L^{-1})
B, B_1, B_2	perméabilités d'un mélange, des constituants 1 et 2	(L^2)
C_s	vitesse de Stokes des particules	$(L.T^{-1})$
d ou d_f, d_g	diamètres des fibres, des particules	(L)
d_H	diamètre hydraulique des pores polygonaux	(L)
E	grandeur d'écart, définie au paragraphe 52	$(-)$
h_K	constante de Kozeny-Carman	$(-)$
J, J_R	coefficients correctifs de $\bar{\alpha}$	$(-)$
L, L_f	longueur des fibres	(L)
M	masse de gâteau séché	(M)
m	rapport de la masse du gâteau humide à la masse du gâteau séché	$(-)$
N	densité de lignes du modèle de Piëkaar	$(-)$
n_p	nombre de polygones du modèle de Piëkaar	$(-)$
p_g	pression du solide à une cote z	$(M.L^{-1}.T^{-2})$
p_H	pression de perméation dans l'essai sur C.C.P.	$(M.L^{-1}.T^{-2})$
p_ℓ	pression du liquide dans le gâteau à une cote z	$(M.L^{-1}.T^{-2})$
p_1, p_2, p_o	pressions du liquide à l'entrée du gâteau, l'entrée du support, la sortie du support	$(M.L^{-1}.T^{-2})$
$q = dV/dt$	débit de filtrat	$(L^3.T^{-1})$
R	résistance du gâteau à l'écoulement par unité de surface	(L^{-1})
R_s	résistance du support à l'écoulement par unité de surface	(L^{-1})
R_T	résistance totale à l'écoulement lors de l'essai sur C.C.P.	(L^{-1})
R_B	résistance à blanc à l'écoulement lors de l'essai sur C.C.P.	(L^{-1})
$R_z = R_T - R_B$	résistance du gâteau à l'écoulement lors d'un essai sur C.C.P.	(L^{-1})
Re_p	critère de Reynolds des pores	$(-)$
s	teneur massique de la suspension en matières solides	$(-)$
T	facteur de tortuosité des pores	$(-)$
t, t_o	temps	(T)
u, u_m	vitesse en fût vide du filtrat	$(L.T^{-1})$
u_e, u_s	valeurs de u à l'entrée, à la sortie du gâteau	$(L.T^{-1})$
u'_s	vitesse barycentrique de descente de la suspension	$(L.T^{-1})$
u_ℓ	vitesse en fût vide du liquide de la suspension	$(L.T^{-1})$
u_p	vitesse des particules dans la suspension	$(L.T^{-1})$
V, V_o	volumes de filtrat	(L^3)
V_s, V_g	volumes de suspension, de gâteau	(L^3)
W	masse de gâteau déposée par unité de volume de filtrat	$(M.L^{-3})$

x	titre massique d'un mélange en un des constituants	
X'	rapport de la hauteur de la couche dense à la hauteur totale du gâteau	(-)
X_s, X_1, X_o	teneurs volumiques de la suspension en matières solides	(-)
y	titre volumique d'un mélange en un des constituants	(-)
z	cote d'une couche de gâteau par rapport au support	(L)
Z	hauteur du gâteau	(L)
α	résistance spécifique du gâteau	(L.M ⁻¹)
$\bar{\alpha}$	valeur moyenne de α	(L.M ⁻¹)
$\bar{\alpha}', \alpha_R$	valeurs moyennes corrigées de $\bar{\alpha}$	(L.M ⁻¹)
γ	facteur de non circularité d'un pore	(-)
$\Delta P = p_1 - p_o$	perte de charge du liquide à travers l'ensemble du filtre	(M.L ⁻¹ .T ⁻²)
e	porosité du gâteau	(-)
$e_m, \bar{e}$	valeurs moyennes de e	(-)
e_F	porosité de la structure fibreuse d'un mélange fibres-sphères	(-)
e_i	porosité de la couche dense d'un mélange fibres-sphères	(-)
ϕ, ϕ_m	diamètre moyen en surface des particules sphériques	(L)
ρ_l, ρ_s	masses volumiques du filtrat, des particules	(M.L ⁻³)
η	viscosité dynamique du filtrat	(M.L ⁻¹ .T ⁻¹)
$\Omega, \Omega', \Omega_1$	aires de surfaces filtrantes	(L ²)
Ω_o	aire de la section du tube d'alimentation de la cellule	(L ²)

L'indice z appliqué à une variable exprime la valeur de cette variable à la cote z considérée.

BIBLIOGRAPHIE

- [1] ANDREWS J.M. et al., J. Appl. Chem., 1966, 1, 16
- [2] BAIRD R.L. et al., Filt. and Sep., 1967, 5, 471
- [3] BEN AIM R. et al., Powd. Techn., 1968/69, 2, 169
- [4] BEN AIM R., Thèse, Université de Nancy, 1970
- [5] BEN AIM R. et al., A paraître dans Powd. Techn.
- [6] BROWN J.C., Tappi, 1950, 33, (3), 130
- [7] BUYSMAN P.J. et al., Proc. Int. Symp. on Fluidization, Eindhoven, 1967, Nether. Univ. Press, Amsterdam
- [8] CARMAN P.C., J. Soc. Chem. Ind., 1933, 52, 280T
- [9] CARMAN P.C., J. Soc. Chem. Ind., 1934, 53, 159T-301T
- [10] CARMAN P.C., Trans. Instr.Chem. Engrs, 1934, 12, 229
- [11] CARMAN P.C., Trans. Instr. Chem. Engrs, 1938, 16, 168
- [12] CHEN C.Y., Chem. Rev., 1955, 55, 595
- [13] CLARENBURG L. et al., Ind. Engng. Chem., Proc. Des. Dev., 1965, 4, (3), 293
- [14] CLARENBURG L. et al., Chem. Engng. Sci., 1968, 23, 765
- [15] CLARENBURG L. et al., Chem. Engng. Sci., 1968, 23, 773
- [16] CORTE H., Filt. and Sep., 1966, 3, 396
- [17] DARCY H., Les fontaines publiques de la ville de Dijon, 1856, V. Dalmont, Paris
- [18] DAVIES C.N., Proc. Instn. Mech. Eng., 1952, 1B, 185
- [19] FURNAS C.C., Ind. Engng. Chem., 1931, 23, (9), 1052
- [20] GIDDINGS J.C., Dynamic of chromatography, 1965, Dekker, New York
- [21] GOUDSMIT S.A., Rev. Mod. Phys., 1945, 17, 321
- [22] GRACE H.P., Chem. Engng. Prog., 1953, 49, 303-367-427
- [23] HATSCHEK E., J. Soc. Chem. Ind., 1908, 27, 538
- [24] HAYNES S. Jr., Thesis, Univ. of Houston, Texas, 1966
- [25] HERMIA J. et al., Génie Chim., 1968, 99, (4), 511
- [26] HERZIG J.P., Thèse, Univ. de Nancy, 1970
- [27] HOFFING E.H. et al., Chem. Engng. Prog., 1951, 47, 3
- [28] INGMANSON W.L. et al., Tappi, 1959, 42, 840
- [29] INGMANSON W.L. et al., Tappi, 1964, 47, 742
- [30] KYAN C.P., Ind. Engng. Chem., Fund., 1970, 2, (4), 596
- [31] LE LEC P., Génie Chim., 1962, 87, (3), 61
- [32] LE LEC P., Silicates Industr., 1964, (sept.)
- [33] LE LEC P., Filtr. and Sep., 1968, 2, 114
- [34] LE LEC P., Chem. Techn., 1968, 20, (5), 264
- [35] LE LEC P., Publication du C.P.I.C., Nancy, 1971
- [36] LU W.M., Thesis, Univ. of Houston, Texas, 1964
- [37] LU W.M., Dissert., Univ. of Houston, Texas, 1968
- [38] MATHERON G., Eléments pour une théorie des milieux poreux, 1967, Masson

- [39] MILES R.E., Proc. Nat. Acad. of Sci., 1964, 52, 901
- [40] MILES R.E., Proc. Nat. Acad. of Sci., 1964, 52, 1157
- [41] NELSON R.W., Tappi, 1964, 47, 752
- [42] ORLICEK A.F., Génie Chim., 1956, 76, (3), 65
- [43] PIEKAAR H.W. et al., Chem. Engng. Sci., 1967, 22, 1399
- [44] PIEKAAR H.W. et al., Chem. Engng. Sci., 1967, 22, 1817
- [45] POINESCU I. et al., Rev. Roumaine de Chim., 1966, 11, 573
- [46] PROST C., Thèse, Univ. de Nancy, 1965
- [47] RIETEMA K., Chem. Engng. Sci., 1953, 2, 86
- [48] ROWLING F.L. et al., Ind. Engng. Chem., Proc. Des. Dev., 1970, 9, (2), 161
- [49] RUTH B.F. et al., Ind. Engng. Chem., 1933, 25, 76 - 153
- [50] RUTH B.F., Ind. Engng. Chem., 1935, 27, 708 - 806
- [51] RUTH B.F., Ind. Engng. Chem., 1946, 38, 564
- [52] SATTERFIELD L.N., Transfer in heterogeneous catalysis, 1970, M.I.T. Press, Cambridge, Massachusetts
- [53] SAWAMOTO K., Thesis, Nagoya Univ., Japan, 1967
- [54] SHIRATO M., Thesis, Nagoya Univ., Japan, 1960
- [55] SHIRATO M., Chem. Engng. Japan, 1964, 28, (4), 329
- [56] SHIRATO M. et al., Kagaku Kogaku, 1955, 19, 104 - 111
- [57] SHIRATO M. et al., Kagaku Kogaku, 1959, 23, 11
- [58] SHIRATO M. et al., A.I.Ch.E. Journal, 1963, 9, (5), 599
- [59] SHIRATO M. et al., Paper presented in the 2nd Consolidated Symposium, Soc. of Chem. Eng., Japan, 1963
- [60] SHIRATO M. et al., Mem. of the Fac. of Eng. Nagoya Univ., 1964, 16, (1), 2
- [61] SHIRATO M. et al., Chem. Engng. Japan, 1964, 2, (1), 6
- [62] SHIRATO M. et al., Paper presented at Tokuyama Meeting, Soc. of Chem. Eng., Japan, 1965
- [63] SHIRATO M. et al., Kagaku Kogaku, 1967, 31, 359
- [64] SHIRATO M. et al., J. of Chem. Engng. Japan, 1968, 1, 86
- [65] SHIRATO M. et al., A.I.Ch. E. Journal, 1969, 15, (3), 405
- [66] SHIRATO M. et al., Kagaku Kogaku, 1969, 33, 576
- [67] SKELLAND A.H.P., Chem. and Proc. Engng., 1962, Feb., 78
- [68] SPERRY D.R., Met. and Chem. Engng., 1916, 15, 198
- [69] STRAUMANN R., Chem. Ingr. Techn., 1963, 35, (10), 715
- [70] TAYLOR D., M.I.T. Publication, 1942, Aug.
- [71] TILLER F.M., Chem. Engng. Prog., 1953, 49, 467
- [72] TILLER F.M., Chem. Engng. Prog., 1955, 51, 282
- [73] TILLER F.M., A.I.Ch.E. Journal, 1958, 4, (2), 170
- [74] TILLER F.M., Filtr. and Sep., 1970, 4, 430
- [75] TILLER F.M. et al., A.I.Ch.E. Journal, 1960, 6, (4), 595
- [76] TILLER F.M. et al., A.I.Ch.E. Journal, 1962, 8, (4), 445
- [77] TILLER F.M. et al., A.I.Ch.E. Journal, 1964, 10, (1), 61

- [78] TILLER F.M. et al., Paper presented at the A.I.Ch.E. Eng. Meeting, Houston, Texas, 1967
- [79] TILLER F.M. et al., To be published in Filtr. and Sep.
- [80] VALLEROY V.V., Thesis, Kansas Univ., 1956
- [81] VALLEROY V.V., A.I.Ch.E. Journal, 1960, 6, (3), 382
- [82] WALAS S.M., Trans. A.I.Ch.E., 1946, 42, 783
- [83] WALKER W.H. et al., Principles of chemical engineering, 1937, McGraw Hill, New York
- [84] WELCH J.D., Thesis, Univ. of Princeton, 1949
- [85] WERNER R.M. et al., Ind. Engng. Chem., Proc. Des. Dev., 1965, 4, (3), 288
- [86] WILEY R.H. et al., J. Polym. Sci., 1965, A, 3, 1063
- [87] WILLIS M.S., Thesis, Iowa State Univ., 1962
- [88] ZHUZHNIKOV V.A., Khim. Prom., 1963, 5, 373

Nom de l'Etudiant : LE LEC Pierre

Nature de la thèse : Doctorat ès-Sciences Physiques

Vu, approuvé
et permis d'imprimer

Nancy, le

Le Président du Conseil
de l'Université de Nancy I

J.R. HELLOY

